九州工業大学学術機関リポジトリ

九州工業大学学術機関リポジトリ
Kyutacar
Kyushu Institute of Technology Academic Repository

Title	金属材料の結晶粒微細化新プロセスの開発および恒温鍛造との複合化による加工性と特性向上に関する研究
Author(s)	中村, 克昭
Issue Date	2011-12
URL	http://hdl.handle.net/10228/4897
Rights	

Kyushu Institute of Technology Academic Repository

金属材料の結晶粒微細化新プロセスの開発
および恒温鍛造との複合化による
加工性と特性向上に関する研究

2011 年 12 月

中村　克昭

目　　次

第 1 章　序　　論
1.1 金属および塑性加工を取り巻く社会環境・・・・・・・・・・・・・・ 1
1.2 自動車産業を取り巻く環境・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 2
1.3 金属の結晶粒微細化技術の現状と課題・・・・・・・・・・・・・・・ 4
1.4 本研究の目的と着眼点・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 5
1.5 本論文の構成・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 6
【参考文献】

第 2 章　強捻り局部加熱急冷による連続結晶粒微細化法の開発
2.1 従来技術
2.1.1. 結晶粒微細化の効果 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 9
2.1.2. 結晶粒微細化法 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 13
2.1.3. 強ひずみ加工による結晶粒微細化法とその課題・ ・・・・・・・ 16
2.1.3.1 ECAP 法 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 17
2.1.3.2 ARB 法 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 18
2.1.3.3 HPT 法 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 19
2.1.3.4 捻り押出法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 20
2.2. 従来の強ひずみ結晶粒微細化法（SPD）の課題 ・・・・・・・・・ 21
2.3. 強連続結晶粒微細化法“RMA-CREO”の開発 ・・・・・・・・・・・ 22
2.3.1 CREO 処理の概要 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 22
2.3.2 CREO 装置の開発 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 24
2.4 結　　言 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 32
【参考文献】

第 3 章　強捻り局部加熱急冷連続結晶粒微細化法のマグネシウム合金への適用
3.1 FCC(アルミニウム)合金への適用
3.1.1 緒　　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 37
3.1.2 実験方法
3.1.2.1 供試材・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 38
3.1.2.2 CREO 処理法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 38
3.1.2.2.1 CREO 処理法の基本原理・・・・・・・・・・・・・・・ 38
3.1.2.2.2 CREO 処理装置・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 39
3.1.2.2.3 CREO 処理条件の定義・・・・・・・・・・・・・・・・ 41
3.1.2.2.4 温度測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 41
3.1.2.2.5 CREO 処理条件 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 41

3.1.2.3　結晶組織観察 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 44
3.1.2.4　引張試験 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 46
3.1.3　結果および考察
3.1.3.1　温度測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 47
3.1.3.2　CREO 処理限界・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 49
3.1.3.3　結晶組織解析・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 54
3.1.3.4　引張試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 65
3.1.4.　結　　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 66
【参考文献】

3.2　HCP(マグネシウム)合金への適用
3.2.1　緒　　言
3.2.1.1　マグネシウム合金の特徴・・・・・・・・・・・・・・・・・ 69
3.2.1.2　本研究の目的・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 71
3.2.2　実験方法
3.2.2.1.　供試材・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 72
3.2.2.2.　試験片形状・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 72
3.2.2.3　CREO 処理
3.2.2.3.1　CREO 処理設備 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・73
3.2.2.3.2　CREO 処理中の温度測定 ・・・・・・・・・・・・・・・・73
3.2.2.3.3　CREO 処理条件 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・74
3.2.2.4　結晶組織観察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・76
3.2.2.5　圧縮試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・78
3.2.3　結果および考察
3.2.3.1.　CREO 処理
3.2.3.1.1　温度測定結果 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 81
3.2.3.1.2　CREO 処理後外観 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 82
3.2.3.1.3　CREO 処理限界 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 83
3.2.3.2　結晶組織観察結果
3.2.3.2.1　マクロ組織観察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 87
3.2.3.2.2　CREO 処理による結晶方位変化・・・・・・・・・・・・・ 88
3.2.3.2.3　CREO 処理条件による結晶組織変化 ・・・・・・・・・・ 90
3.2.3.2.4　結晶粒径分布の変化・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 99
3.2.3.2.5　結晶粒微細化に関する考察・・・・・・・・・・・・・・・103
3.2.3.3　結晶方位分布測定結果
3.2.3.3.1　押出材・　　・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 106

3.2.3.3.2　CREO1 パス処理材・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 107
3.2.3.3.3　CREO2 パス処理材・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 111
3.2.3.3.4　結晶方位分布に関するまとめと考察　・・・・・・・・・ 112
3.2.3.4　圧縮試験
3.2.3.4.1　室温圧縮試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 117
3.2.3.4.2　温間圧縮特性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 118
3.2.3.4.3　CREO 処理による微細組織と塑性加工性に関する考察・ 125
3.2.4　結　　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 127
【参考文献】

第 4 章　結晶粒微細化マグネシウム合金の恒温塑性加工・・・・・・・・・・・130
4.1 マグネシウム合金の拡張押出加工
4.1.1 緒　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 132
4.1.2 実験方法
4.1.2.1　供試材・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 133
4.1.2.2　CREO 処理条件・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 133
4.1.2.3　拡張押出実験装置・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 133
4.1.2.4　CREO 材の拡張押出評価条件・・・・・・・・・・・・・・・・・ 134
4.1.2.5　結晶組織観察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 136
4.1.2.6　機械特性試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 136
4.1.3 実験結果および考察
4.1.3.1　棒材の結晶組織・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 137
4.1.3.2　拡張押出結果・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 138
4.1.3.3　各拡張押出条件における外観・光顕組織・硬度分布・・・・・ 139
4.1.3.4　CREO 処理拡張押出の SEM-EBSP 観察結果
4.1.3.4.1　棒材部　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 146
4.1.3.4.2　拡張押出部・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 152
4.1.3.4.3　CREO 処理材の拡張押出による結晶組織変化・・・・・ 157
4.1.3.5　CREO 処理拡張押出の硬度変化・・・・・・・・・・・・・・・ 163
4.1.4　結　　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 164
【参考文献】

4.2 マグネシウム合金の角筒押出加工
4.2.1 緒　　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 167
4.2.2 実験方法
4.2.2.1.　供試材・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 169

4.2.2.2. 結晶粒微細化処理・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 169
4.2.2.3. 熱安定性試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 169
4.2.2.4. 角筒押出・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 170
4.2.2.5. 使用プレス・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 172
4.2.2.6. 角筒押出条件・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 173
4.2.2.7. 解析方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 174
4.2.3 実験結果
4.2.3.1. CREO 処理による結晶組織変化・・・・・・・・・・・・・・・ 176
4.2.3.2. 熱安定性試験結果 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 183
4.2.3.3. 角筒押出結果・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 186
4.2.3.4. 角筒押出による結晶組織変化・・・・・・・・・・・・・・・・ 190
4.2.3.5. 角筒押出による硬度分布変化・・・・・・・・・・・・・・・・ 200
4.2.3.6. 引張試験結果・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 203
4.2.4 考　　察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 205
4.2.5 結　　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 206
【参考文献】

4.3 マグネシウム棒材からの板側法押出法
4.3.1 緒　　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 208
4.3.2 1 方向押出成形
4.3.2.1. 1 方向押出成形法の概念・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 210
4.3.2.2. 実験条件・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 212
4.3.2.3. 実験結果および考察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 217
4.3.2.4. 1 方向押出の結言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 225
4.3.3 2 方向板押出成形
4.3.3.1. 2 方向押出成形法の概念 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 227
4.3.3.2. 実験条件・・・・・・・ ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 228
4.3.3.3. 実験結果および考察 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 233
4.3.3.4. 2 方向押出の結言 ・・・ ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 244
4.3.4. 結　　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 245
【参考文献】

4.4 押出鍛造まとめ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 248

第 5 章　　結　　論 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 250

【関連論文】・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・252

第 1 章　　序　　論

1.1 金属および塑性加工を取り巻く社会環境

金属材料および塑性加工を取り巻く環境は大きく変化してきている。大量生産や品質の安定化だけでは不十分な状況にある。

多くの金属部品から成り立っている自動車についても、古くはオイルショックから排ガス規制・燃費規制が始まり、FF（Front engine Front drive）化による軽量化・低燃費化が大幅に推進された。

2000 年代に入ると、欧州からの環境物質規制が始まり、電子・電気機器における特定有害物質の使用制限についての欧州連合(EU)による指令である RoHs【**R**estriction **o**f **H**azardous **S**ubstances（危険物質に関する制限)】、新化学品規制である REACH【Registration, Evaluation, Authorization and Restriction of Chemicals】等の環境規制が開始された。日本の大手家電メーカの取扱説明書の印刷用インクからカドミウム【Cd】が検出されたことから、オランダにてクリスマス商戦時に輸入禁止措置が取られたことで大きな話題となった。

すなわち性能向上および加工性向上目的で添加されてきていた元素も、人間および環境へのダメージを与える場合には排除される可能性が高くなった。特に切削性改善および鋳造流動性改善の目的での鉛【Pb】については、有害性が強く指摘されており多くの製品で Pb 除去もしくは低減の試みが成されている。

代表例として、直接飲用に使用される水栓金具に約 5%含まれる Pb について、ビスマス【Bi】等を添加した新合金の開発、内面の洗浄およびコーティングによる Pb 流出および摂取の低減、そして結晶粒微細化銅合金および恒温鍛造の開発による Pb を全く排除した銅合金製品の生産を可能とした技術開発等が行われてきた。[1)~11)]

また自動車のドライブシャフト等に切削性改善目的で添加される約 0.4%の Pb を低減する材料技術および切削技術開発が進められてきた。

1.2. 自動車産業を取り巻く環境

現在の日本において最も主要な工業である自動車産業は、非常に多くの課題を乗り越えて世界有数の生産量となってきている。しかしながら日本の自動車産業に対して、非常に多くの課題が山積している状況にある。

自動車については、各国で燃費規制および炭酸ガス排出規制が設定されてきており、商品開発において避けられない大きな課題となっている。古くはオイルショックから排ガス規制・燃費規制が始まり、軽量化・低燃費化が大幅に推進された。この時に、塑性加工の領域では等速ジョイントの温間密閉鍛造等の高い歩留まりを誇るニアネットシェイプ鍛造技術が開発された。1990 年代からは急速に円高が進み、海外シフトが進行し、生産・部品調達のグローバル化が推進された。金属部品においても低コスト化の要求が極めて高くなり、日本国内の企業には低コスト化と日本ならではの差別化技術が必要不可欠となってきた。

燃費規制は米国の CAFÉ【**C**orporate **A**verage **F**uel **E**fficiency(企業（別）平均燃費)】基準、日本においても 2015 年規制によって 2002 年対比で 12%減を目標として設定されている。[12)]

燃費向上のためには、ハイブリッド技術や電気自動車のような動力源に関する新技術導入が話題となるが、HV(Hybrid)車であれ EV(Electric Vehicle)であれ燃費向上においては軽量化技術である。アルミボディや超高張力鋼板技術プレスハードニングの採用が進んでいる。軽量化技術には、軽量技術を使用する方向と高強度化によって使用材料を低減して軽量化する手法に大きく区分されるが、アルミニウム合金等の軽量合金においても高強度化による比強度の向上は欠かせない技術である。

更に 2010 年頃から資源国であった新興国の経済発展により、レアメタルの供給不足の懸念が拡大してきた。一般には知られていなかったが、日本の金属材料および部品には多種のレアメタルが添加されており、微量添加ではあるが必要不可欠な添加元素となっている。中でもマグネシウムは生産量の 80%を中国 1 国に頼っているが、アルミニウム合金の強化材として非常に重要である。すなわち今後の生産安定性を確保するためには、レアメタルへの依存度を如何に低下させるかが大きな課題となる。

またリサイクル性も大きな課題である。自動車用にアルミニウム合金を製造しているメーカは、毎月 100 種以上のアルミニウム合金を製造しているが、成分上の他品種生産は生産性を低下させるのみならず、成分調整を要求するためリサイ

クル性にも悪影響を及ぼす。

一方で、自動車に求められる安全基準は厳しくなり、安全性向上のために搭載されるエアバッグやボディサイズのアップ等、重量増加を引き起こす安全設備の追加搭載が大きく増加している。

以上のように、自動車産業が直面している技術課題は多岐にわたっている。これらの課題を Fig.1.1 にまとめた。

1，　有害元素排除規制

2，　レアメタルの不足

3，　リサイクル性の向上

4，　自動車の燃費規制

5，　安全性の向上

6，　低コスト化の要求

7，　新興国の発展による差別化技術の必要性増大

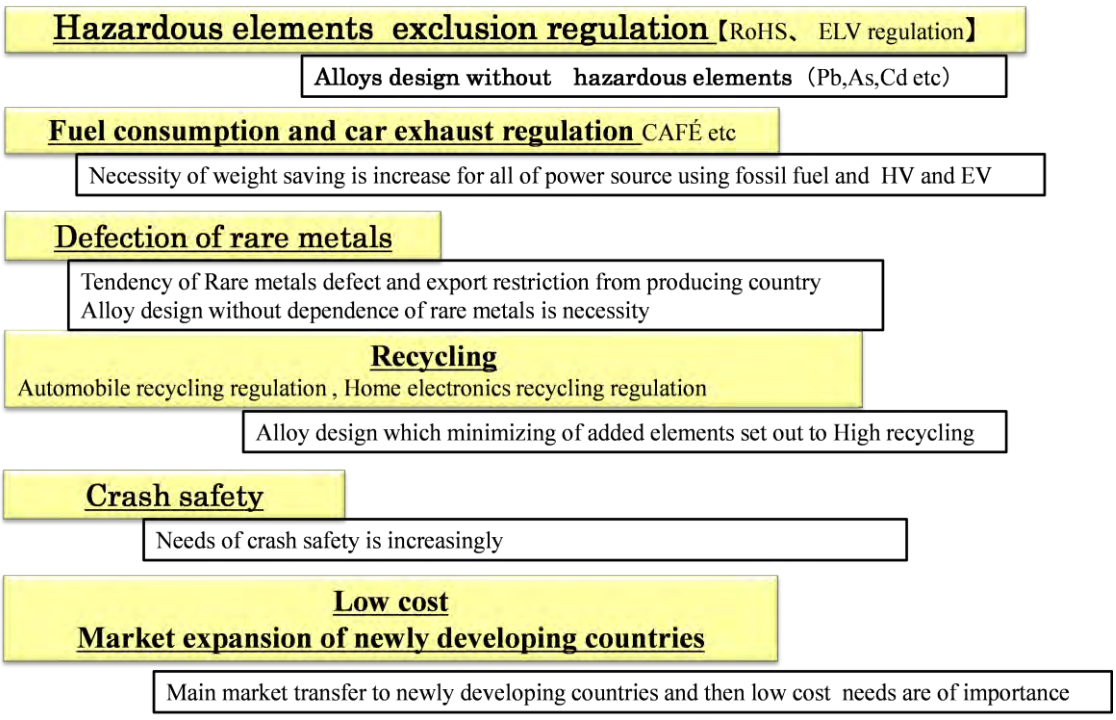


Fig.1.1　Recent needs for automobile

これらの山積した課題に対して一つの解決策として、【元素に頼らない合金設計】と【ニアネットシェイプ化による材料使用量減】の方向性を挙げることが出来る。日本は、結晶粒微細化およびニアネットシェイプに関しての研究開発が最も進んだ国と言え、多くの研究者が開発を進めている。

1.3　金属の結晶粒微細化技術の現状と課題

金属材料に関して、添加元素に頼らない【結晶粒制御（微細化）による特性向上】が有効と考える。特に近年活発な研究報告が見られる【強ひずみによる結晶粒微細化法】（Severe Plastic Deformation：SPD）[13]は、大きな塑性変形により結晶粒を微細化する手法であり、添加元素を必要としていない手法である。

ECAP(Equal Channel Angular Pressing)や ARB(Accumulative Rolling Bonding)等の多くのプロセスが提案され研究されてきており、ナノオーダーの結晶粒微細化を実現し大幅な機械的性質の向上および温間延性の向上効果が得られることが分かっている。一方で、これまで提案されてきた強ひずみプロセスにおいては以下の問題が残されていた。

①プロセスに連続性が乏しく、生産性およびコスト面から工業的に実用化困難であった。

②熱処理型合金への適用が困難であった。

③結晶粒微細化した金属材料が、次工程である鍛造等の塑性加工における加工熱によって、結晶粒が粗大化し微細化効果が失われる。

④微細化材料の加工特性を活用するには恒温鍛造法が有効であるが、実用的な恒温鍛造法の開発が成されてきていない。

⑤微細化材料を適正な恒温鍛造条件で加工することで、更なる微細化および特性向上が期待できるが、研究開発は十分に成されてこなかった。

1.4 本研究の目的と着眼点

筆者等は、局部加熱と冷却した棒金属材料に、局所的なねじり塑性変形を付与する事で、連続的で高生産性の結晶粒微細化プロセス RMA-CREO（略して CREO）[14]に開発によって、前項で示した強ひずみ結晶粒微細化法の課題を解決することを試みた。RMA-CREO の RMA とは、**R**inascimento（復活=ルネサンス）**M**etalli（金属）**A**rti（技術、技能）のイタリア語から作った造語であり、金属が本来有している特性を引き出すことを意味している。また CREO は、 **C**ontinuo（連続）**R**uotato（回転）**E**volutione（革新的な）**O**rganizzazion（制御システム）di Metallo-Processo（金属プロセス）のイタリア語の頭文字からの造語で、金属の連続ねじりシステムを意味している。

また CREO で結晶粒微細化した金属材料を塑性加工する際の加熱および摩擦発熱等による結晶組織の粗大化を抑制すべく、粗大化温度以下で大変形を可能にする恒温鍛造法に着目した。更に鍛造加工法として、小さな加工力で大サイズの成形品を得る事が可能で、加工中に微細化に有効なせん断ひずみを付与する事が可能な【押出鍛造加工法】を考案し、CREO 処理による微細結晶粒金属材料との組合せ技術を開発した。

本研究においては、添加元素に頼らない結晶粒微細化プロセス RMA-CREO および、微細化材料を最大限に活用可能な塑性加工プロセスである恒温押出鍛造法について研究を行った。

1.5　本論文の構成

本論文においては、連続処理可能な結晶粒微細化技術 CREO について、マグネシウム合金について、処理条件である処理温度・ひずみ量・処理装置の構造などについて詳細検討し、結晶粒微細化効果と処理パラメータとの関係性について研究した。

一方、鍛造加工について、従来は結晶粒微細化技術開発と鍛造技術開発は、全く独立した状態で行われてきており相乗効果が得られてこなかった。

本研究では、マグネシウム合金を結晶粒微細化して鍛造温度を低下させることによって、金型加熱温度を低く抑えた恒温鍛造を実現した。更に押出鍛造成形法によって、小さな荷重で複雑形状を高精度に鍛造加工するとともに、加工中にせん断ひずみを付与する事で結晶粒微細化を促進する加工技術を開発した。

第 1 章では、電子・電気機器における特定有害物質の使用制限についての欧州連合(EU)による指令である RoHs、新化学品規制である REACH 等の環境規制に代表される金属を取り巻く安全と環境の要求。また自動車業界を取り巻く環境・レアメタル・リサイクル性・燃費規制・安全性・低コスト化・新興国の発展による差別化技術の必要性等について論じた。

第 2 章では、従来の結晶粒微細化技術では実現できていなかった、連続高生産性の結晶粒微細化技術“RMA-CREO”の開発について論じた。

第 3 章では、面心立方格子である非調質系アルミニウム Al-Mg 合金について、CREO 処理による結晶粒微細化の効果を明確にした。また強い異方性を有し塑性加工性が低い稠密六方格子のマグネシウム合金について、CREO 処理を用いた結晶粒微細化による、高強度化、異方性および温間塑性加工性について評価した。

第 4 章では、CREO 処理によって結晶粒微細化したマグネシウム合金 AZ61 を使用して、低荷重で複雑で大型の成形が可能となる恒温押出成形について論じた。基本押出成形法として【拡張押出法】を考案し、更に拡張押出法の応用法として、中空形状を得る【角筒押出法】および板形状を得る【板押出法】を開発し、成形性に付いて評価すると共に、CREO 処理で微細化組織を押出鍛造で付与したせん断ひずみによって更なる微細化と高強度化の可能性について評価した。

以上によって、元素に頼らず高強度化し、かつ中空板形状の金属部品製造の可能性について評価した。

【参考文献】

1) 松原　隆二、芦江　伸之、伊藤　幸三、萩原　光一、中村　克昭
“熱間延性に優れた銅-亜鉛合金の諸特性（第 1 報）”
塑性加工連合講演会　(1997.11.12) p5

2) 日経メカニカル　1998.12　no531

3) 日経メカニカル　1999.6　no537

4) 中村　克昭、久塚　清和、阿部　洋典
“高強度・高耐食性・高鍛造加工性の新材料「TZ メタル」”
プレス技術　第 37 巻　第 2 号(1999 年 2 月号)

5) R.Matsubara,N.Ashie、K.Nakamura and S.Miura
“Superplastic Forming of Corrosion Resistance CuZnSn Alloys”
Material Science Forum Vols.304-306(1999) pp.753-758

6) K.Neishi , T.Uchida , A.Yamauchi , K.Nakamura , Z.Horita , T.G.Langdon
“Low-temperature superplasticity in a Cu-Zn-Sn alloy prpcessed by severe plastic deformation”
Material Science and Engineering A307 (2001) 23-28

7) 中村　克昭
“素材面から見た塑性加工（ニアネットシェイプ）の技術展望”
生産財マーケティング　2000.8　A-66

8) 日経メカニカル　2000.12　no555

9) 中村　克昭、芦江　伸之、松原　隆二、東　洋二、三浦　精
“超塑性銅合金“EES メタル”と鍛造加工への応用“
日本金属学会　まてりあ　第 40 巻　第 2 号　(2001)

10) 白石　成輝、中島　康紀、中村　克昭、東　洋二、内尾　健司、芦江　伸之、松原　隆二
“銅合金のニアネットシェイプ鍛造”
型技術　第 13 号　(2001 年 12 月号)

11) 中村　克昭、竹野下　秀満、芦江　伸之、松原　隆二、東　洋二
“新銅合金 EES の特性と超塑性鍛造への応用”
素形材 2001.9 p17

12) 小宮山　涼一

米国 CAFÉ 基準（自動車燃費基準）の概要　IEEJ：2008 年 3 月号　p1

13) 森永　正彦、古原　忠、戸田　祐之
金属材料の加工と組織　共立出版　p 132

14) Katsuaki.Nakamura , Koji Neishi , Kenji Kaneko , Michuhiko Nakagaki and Zenji Horita
"Development of Sever Torsion Straining Process for Rapid Continuous Grain Refinement "
Materials Transactions,Vol.45.No.12(2004) pp.3388 to 3342

第 2 章　　強捻り局部加熱急冷による連続結晶粒微細化法の開発

2.1 従来技術

2.1.1 結晶粒微細化の効果

1)　微細化による強度上昇

金属の結晶粒微細化により多くの特性向上が期待できる事から、多くの研究が成されてきている。向上する特性として最も顕著であるのが、延性低下を最小限に留めての強度向上である。特に降伏点強度の向上は顕著であり、ホールペッチの関係式（Hall Petch relationship）として良く知られている。[1)]

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$$

多結晶体金属材料において、結晶粒界は転位の移動を阻害する事で降伏応力σyを上昇させる。結晶粒の微細化によって粒径 d の平方根の逆数（$d^{-1/2}$）に比例して増大する。これは結晶粒界に転位の集積が生じ、結晶粒界が 1 次すべりの転位の移動を阻害する事から、障壁の役割となるために結晶粒界近傍にて 2 次すべりが発生するタイミングを降伏点としている。

結晶粒系と硬さとの関係を超微細粒領域にて、鉄鋼材料について以下の式が成り立つ事が示されている。

$$\sigma_y\ [GPa] = 0.1 + 0.0006 d^{-1/2} \quad (d:mm)$$

$$Hv\ [GPa] = 0.6 + 0.0018 d^{-1/2} \quad (d:mm)$$

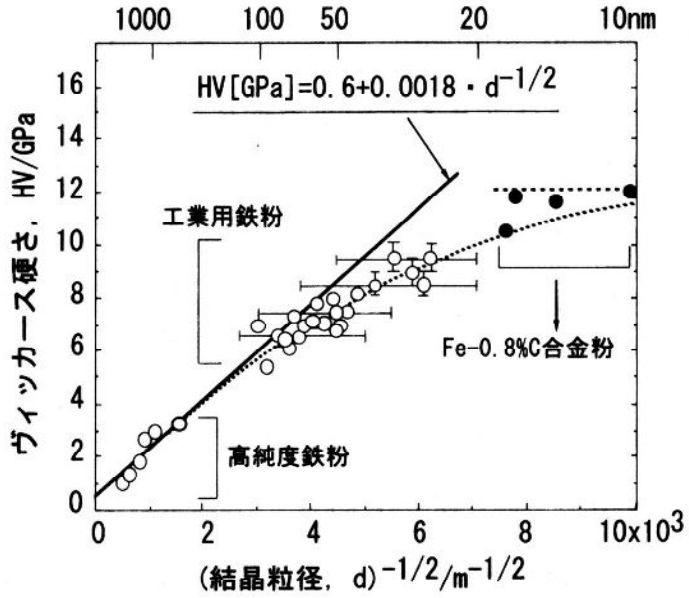


Fig.2.1.1　Relation between grain size and Vickers hardness

以上の式に基づいて整理された結果（Fig.2.1.1）[2]によれば、100nm 付近を境界として､粗粒領域においてはホールペッチの関係式が良く成り立つのに対して、100nm よりも微細な結晶粒領域ではホールペッチの関係式に対して硬度低下を示す事が分かる。これは 100nm 以下において、結晶粒界層の全体の中での比率が上昇するに伴い生じたものと報告されている。

以上の結果において､結晶粒サイズによって強度向上の限界は存在するものの、金属材料の強度特性が超微細粒領域においても向上する事がわかる。

2)結晶粒微細化と超塑性

粒子すべりモデルを使った計算解析においても、コア・マントルモデルをもちいて引張試験との比較を行った報告がある。[3]

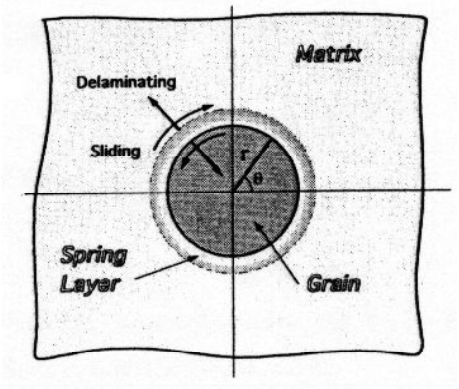


Fig. 2.1.2　Sliding inclusion model

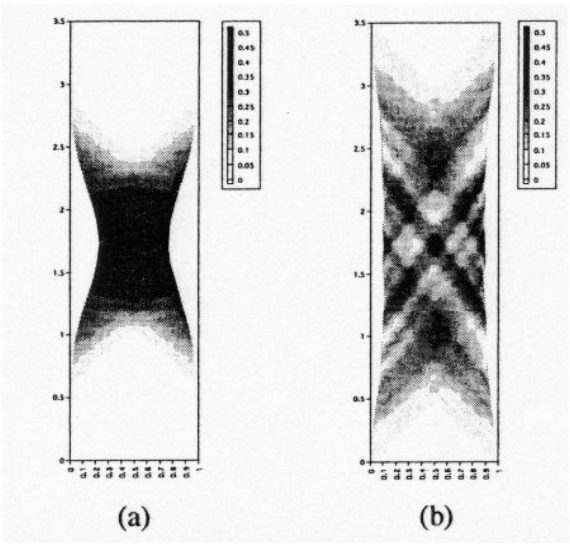


Fig.2.1.3 Tensile behaviors on constitutive laws

粒子とマトリクスの界面にすべりモデルを導入した粒子分散モデルを用いて、計算解析を行った。この結果、弾塑性流れ則を用いた Fig.2.1.3 (a)ではネッキングを生じものの､Backofen により提案されているひずみ速度依存性を現す構成則を用いた(b)ではひずみは分散されて変形の局所化が見られず､超塑性特有のネッキングせずに大きな変形に達する特徴を良く表している。[5]

結晶粒微細化は､単に強度を向上させるのみではなく､延性を確保しつつ強度向上する点に大きな特徴がある。Fig.2.1.4 に示すように、Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr の常温引張試験において、他の加工熱処理と ECAP 法を比較した場合に、同一の 0.2%耐力では ECAP 法の方が大きな伸び

を示している。[4)]

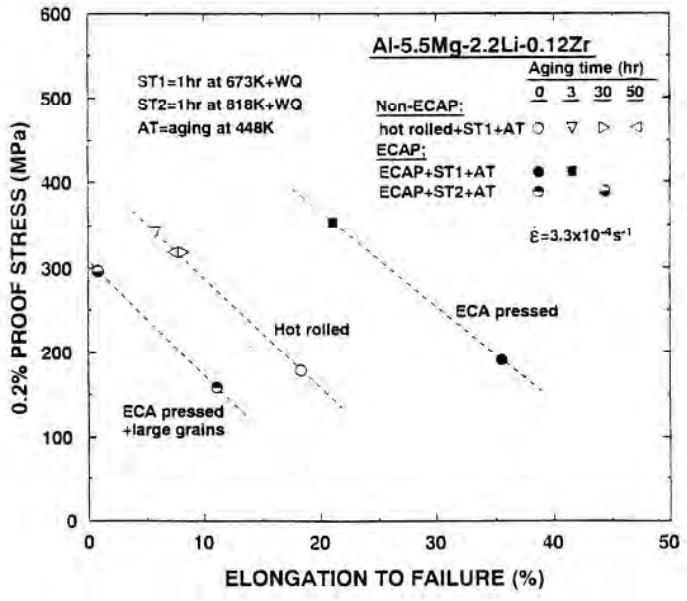


Fig.2.1.4 Tensile strength and elongation of Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr

3)結晶粒微細化と耐食性

結晶粒微細化によって耐食性改善できることは良く知られている。基本的に微細化によって結晶粒界面積を多くすることで、結晶粒界に偏析する不純物元素による電位差腐食を抑制する耐粒界腐食効果が良く知られている。(Fig.2.1.5)また応力腐食割れに対しても微細化による抑制効果が見られる。[5)] しかしながら残留応力が残存している場合には、応力腐食を加速する場合があり、強ひずみによる残留応力に注意する必要がある。[6)]

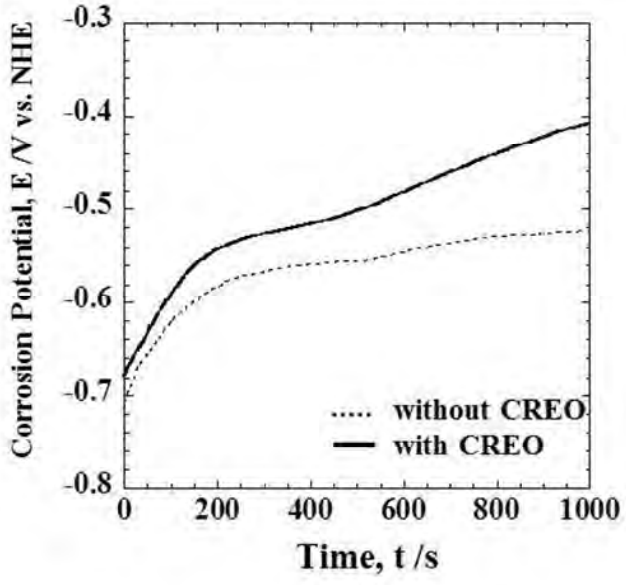


Fig.2.1.5 Tensile strength and elongation of Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr

4)結晶粒微細化と陽極酸化における発色

アルミニウム合金において常用される陽極酸化処理において、母材結晶粒径と陽極酸化膜処理後の明度などに影響がある。[7)]

Al-5.5Mg 合金における陽極酸化後の表面組織を Fig.2.1.6 に示した陽極酸化膜はポーラス型であり， Al 酸化膜に直径 10nm 程度の無数の微細孔が認められた。また，しわ状の白い線が多数観察され、白い線で囲まれた箇所は凹部になっていることが確認され、Al 酸化膜の微細孔の密度が小さかった。CREO 処理をした方が白い線の箇所は多くなっており，そのため，Al 酸化膜全体における微細孔の密度は小さくなった。

陽極酸化 Al-Mg 合金の電解処理において、着色後の明度は，CREO 処理を行った方が高くなった。陽極酸化 Al-Mg 合金の酸化膜には無数の微細孔が存在するが，CREO 処理を行うと微細孔の密度が低下した。Al 酸化膜における微細孔の密度の低下も電解着色後の明度の上昇に寄与していると考えられることが報告されている。

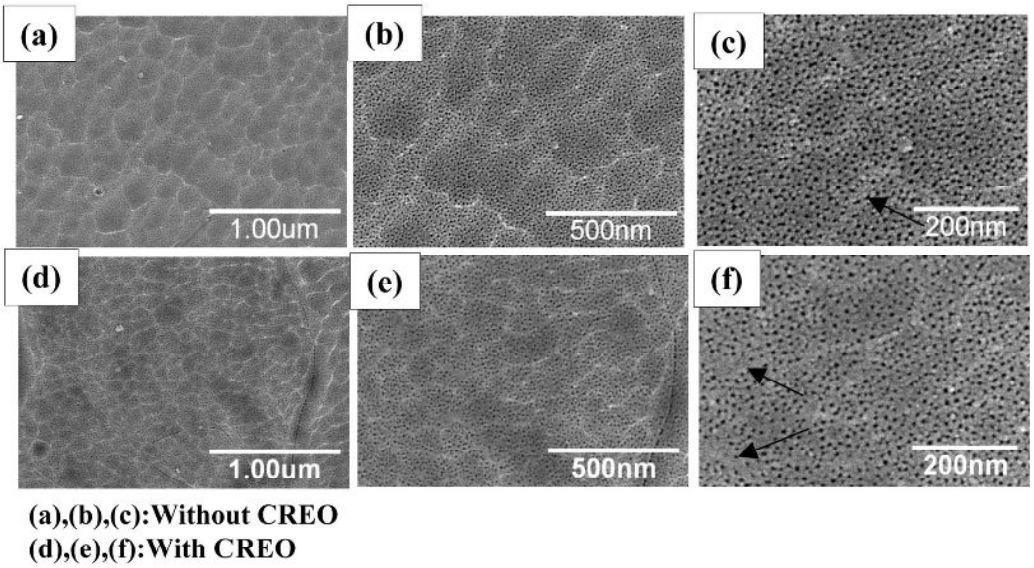


Fig.2.1.6　SEM image of anodized Al-5.5Mg alloy with and without CREO

2.1.2　結晶粒微細化法

結晶制御後に約 10μm 以下に結晶粒を微細化するために、多種のプロセスが提案されてきている。[8)]

1)共晶・共析合金

初期に開発された材料系は共晶・共析合金系であり、その代表例が Zn-22Al である。熱処理と加工の組合せにより 1～2μm 程度まで微細化する事が可能となり、等軸である事で 200℃以上の低温において非常に大きな延性を示す超塑性合金として知られている。元となる亜鉛系合金の強度レベルが低い事から、装飾パネルなどの用途に用いられ、玩具の超合金材料として使用された実績も有する。

本合金は、共晶および共析合金であるために、適用できる成分の合金は非常に限定的であり、結晶粒微細化として適用された例は主に亜鉛系合金である。Zn-22Al 合金は、結晶粒微細化および超塑性成形に関する最初に一般化した実用化事例であり、微細化研究への寄与は非常に大きい。

2)加工熱処理

冷間加工と熱処理の組合せにより結晶粒微細化を実現する方法で、特にアルミニウム合金における微細化への適用検討が多く見られ、溶体化した材料に冷間加工を施し、多くの転位を導入した後に再加熱する事で微細な結晶を得る手法が基本と言える。

本法によりアルミニウム合金の結晶粒微細化材が開発されて、特に微細化効果が得やすい A7075(A7475)合金では非常に大きな温間延性の超塑性特性を示す事から、高強度で複雑形状を必要とする航空機部品に適用されている。

英国を発祥とし超塑性アルミニウム合金の成形を主とする民間企業である“Super form 社”で生産されており、日本国内でも航空機産業および装飾用パネルとして実用化されている。

ただし効果が顕著に発生する合金成分が限定され,処理プロセスが非常に多くの工程を必要とし、更に得られる結晶粒径が約 10μm 程度の場合が多いため、前述の A7000 系アルミニウム合金を中心に適用された。また複雑な工程から製造コストが高く、通常材の 4 倍レベルと言われており、航空機以外での適用は限定的であり、熱処理の効果を上げるため板材への適用が中心であった。

また Cu-Zn-Sn 合金において、筆者を中心として黄銅系材料の結晶制御合金を開発し、α、ß、γ の異なる 3 相を各成分比率と押出条件を適正制御して約 10μm の微細な 3 相混合組織を得ている。

同材は、結晶粒微細化と 3 相の組織制御によって、強度向上と共に高い淡水耐食性を示す合金である。さらに従来の類似合金では約 700℃以上で行われていた鍛造加工を、450℃までの大幅な鍛造温度低下と大きな延性を達成した。各種特性の向上と鍛造温度の低温化による恒温鍛造の適用で、水回り部品や輸送機器部品に実用化された。[9)~15)]

本合金においても、銅合金に特有の 3 相混合組織を活用する事で結晶粒微細化を実現できたため、成分範囲については限定的であった。

3)変態誘起を用いた微細化

炭素鋼において、変態点を挟んで温度を急激に上下させる事で、相変態を繰り返し生じさせるプロセスである。[16)]

急速加熱冷却のプロセスを実製造プロセスに適用する事が極めて困難である事から実用化が進んでこなかったが、近年では高周波を用いた加熱冷却により 5μm 程度まで微細化が可能となる手法が提案されている。

4)急冷凝固法

液体状態から急冷する事で、微細な凝固結晶組織が得られる事が知られている。10^5℃/sec 程度の冷却速度が必要である事から、粉末もしくは薄板状である事が必要である。[17)]

粉末においては、ガス噴霧法や水噴霧法が用いられ、製造した粉末は部品形状を得るために圧粉・焼結・塑性加工を経る事が必要となる。約 1μm の微細粒が得られるが、部品製造工程での加熱による結晶粒の粗大化を生じる危険性が高く、温度管理が重要となる。

また急速冷却が必要であることから、コスト面での制約が大きく、良好な特性が出るものの工業的に実用化の事例は殆ど見られない。（ギガス）数少ない実用化例として、P&W 社が航空機用エンジンのタービンブレードに採用したゲーライジング法が有名であるが、現在では更なる耐熱性の要求から一方向性凝固や単結晶の素材に移行したため使用されていない。

溶融状態からの急冷凝固の手法としては、粉末以外にも溶融金属を冷却した

金属素材に吹き付けて急冷凝固させる Osprey 法[18]がある。イギリスで開発され、日本にもテストプラントが設置された。粉末を製造せずに直接急冷凝固させる事で工程短縮が期待され、アルミニウム合金を中心として開発され、超耐熱合金の製造も検討された。しかしながら形成された厚みにより冷却能力が低下して、厚物部材では微細化が不十分になるなどの課題により実用的発展には至らなかった。

5)メカニカルアロイング

粉末をボールミル等で繰り返し強加工する事で粉末を強加工して結晶を微細化するメカニカルアロイング法[19]が提案されている。本法は、熱エネルギーによる析出を生じない事から、平衡状態では不可能な合金を製造する事にも大きな特徴がある。しかしながらボールミルでの処理に長時間を要する事や、粉末材料からバルク形状への成形に課題を有している。次工程である所定の形状を得るためには、冷間加工では粉末間の結合強度を十分得る事が難しく、拡散接合による焼結を行うと、焼結時に加える熱によって結晶粒が粗大化して微細化効果を失う。

以上より、結晶粒微細化目的ではなく、特殊合金の製造方法として着目され研究開発が進められている。

2.1.3 強ひずみ加工による結晶粒微細化法とその課題

2.1.1 にて紹介した各種結晶粒微細化法における課題は、

①対象成分が限定される

②大型・厚肉の部材製造が困難である。

③製造工程が複雑であり、実用化の障害となっている。

一方で、金属材料に大きな塑性ひずみを付与する事により微細結晶組織を得る事が可能であり、成分に依存しない結晶粒微細化法として“強ひずみ加工による結晶粒微細化”について多くの研究が成されて、大幅な特性改善効果が報告されている。

金属材料に大きなひずみを手法としては圧延・伸線・鍛造・ロータリースェージングなどが挙げられる、材料成分によって異なるが約 10μm レベルの微細化が達成でき、強度・衝撃・疲労などの機械的特性向上に使用されている。しかしながら加工ひずみによって板厚や径が縮小してしまい、結果的に工具間の摩擦増大などによって、付与できるひずみ量が制限されることから微細化効果も限定的であった。また加工硬化の影響を強く受ける事から、上記同様に付与可能なひずみ量が制限される。

上記の問題を解決すべく、バルクから断面形状を加工によって変化しない“形状不変加工法”について研究開発が 1990 年代から多く成されるようになってきた。

その代表例が、ECAP（Equal Channel Angular Pressing）法【別呼称で ECAE（Equal Channel Angular Extrusion）とも呼ばれる】であり、更に、HPT（High Pressure Torsion）法、ARB（Accumulative roll bonding）法、捻り押出法およびそれらの改良プロセスが提案されてきている。[20)]

これらの強ひずみプロセスは“形状不変加工”と呼ばれており、素材の断面形状と処理後の断面形状が、ほぼ同一形状であることから、大きなひずみを繰り返し付与する事が特徴のプロセスである。1900 年代から SPD（Severe Plastic Deformation）活発に研究開発が進められてきている。（広義では前述のボールミル法も SPD の一種と言える。）

Table2.1.1 に各 SPD 法の相当ひずみ計算式を示した。[21)] 現在主力となっている SPD 法は、相当ひずみ 4（99%以上）を目標に開発されてきており、付与するひずみ量を大きくして微細化効果を得るために“形状不変加工”が重要となる。

Table 2.1.1 Calculation of equal strain of each SPD process

加工方法	相当ひずみ	備考
引張加工	$\bar{\varepsilon}=\ln\left(\frac{l}{l_0}\right)$	l_0：加工前の試験片長さ l：加工後の試験片長さ
圧縮加工	$\bar{\varepsilon}=-\ln\left(\frac{h}{h_0}\right)$	h_0：加工前の試験片高さ h：加工後の試験片高さ
圧延加工	$\bar{\varepsilon}=\frac{2}{\sqrt{3}}\ln\left(\frac{t_0}{t}\right)$	t_0：加工前の試験片厚さ t：加工後の試験片厚さ
伸線加工	$\bar{\varepsilon}=\ln\left(\frac{A_0}{A}\right)=2\ln\left(\frac{r_0}{r}\right)$	r_0：加工前の試験片半径 r：加工後の試験片半径
ECAP 加工	$\bar{\varepsilon}=\frac{1}{\sqrt{3}}M\left\{2\cot\left(\frac{\Phi}{2}+\frac{\Psi}{2}\right)+\Psi\mathrm{cosec}\left(\frac{\Phi}{2}+\frac{\Psi}{2}\right)\right\}$	M：ECAP サイクル数 Φ：溝孔の交差角度 Ψ：溝孔の外側曲面部の角度
HPT 加工	$\bar{\varepsilon}=\frac{2\pi NR}{\sqrt{3}t}$	N：回転回数 R：試料の中心からの距離 t：加工後の試験片厚さ

2.1.3.1 ECAP 法

Segal らによって開発された ECAP 法[30]は、代表的な SPD 法であり、非常に多くの研究開発が成されている結晶粒微細化法である。

Fig.2.1.7 に示したように、穿孔した屈曲空間に穴と同一の断面形状を有する棒状素材を押し込み、金型の屈曲部にて大きなせん断変形を付与するプロセスであり、処理前後で同じ断面形状を維持する事から Equal Channel と呼ばれている。[23)24)25)]

同じ断面積・断面形状を持ち、角度Φで屈曲した貫通穴に、素材を押し通す事でせん断ひずみを付与する。屈曲部において単純せん断ひずみが付与され、変形後も試料の断面積はほぼ一定となる。

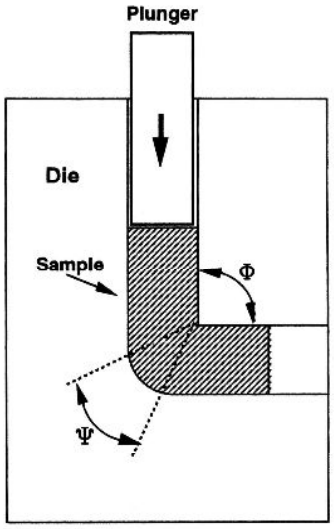


Fig.2.1.7 General picture of ECAP

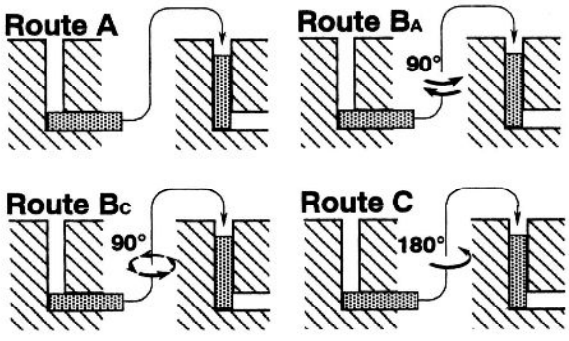


図 5 ECAP 法における剪断ひずみの導入方法

Fig.2.1.8 Process of ECAP

また ECAP 法は、複数の処理を繰り返すことで微細化効果を向上させていることが報告されている。繰り返し処理の方法としては、Fig.2.1.8 に示したように同じひずみ方向付与および交互の方向付与の場合などが提案されている。

2.1.3.2. ARB 法

強圧延を繰り返す事によって大きなひずみを付与する強ひずみ法に Fig.2.1.9 に示した ARB 法（Accumulative Roll bonding）がある。[20)]

加工法としては圧延法であるが、圧延した板材を複数枚重ね合わせて、再度圧延して各板材を圧接すると共に、重ね合わせによって回復させた板厚を利用して、大きな圧下量を繰り返し付与する事が可能となる手法である。結晶組織は、Fig.2.1.10 に示すように圧延方向に延伸された微細粒となる。

ECAP 法や HPT 法に同じく、強ひずみ処理前後で基本的に素材形状が同じ形状で維持される点が共通している。各圧延の中間工程として、脱脂・ワイヤーブラシ処理によって、圧接に障害となる不純物や酸化膜を除去する必要がある。

従って、圧延工程そのものは連続性を持つものの、中間工程の連続性欠如により、プロセス全体としては連続性を得る事が難しく、実用技術までは発展していない。

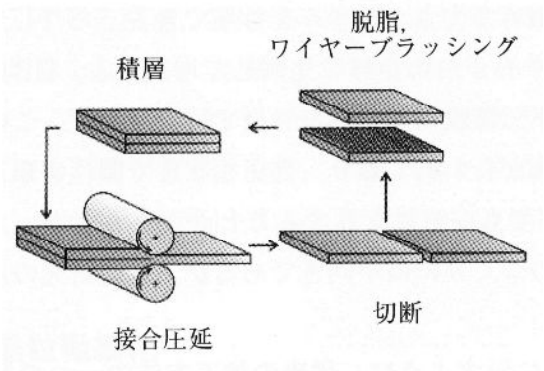


Fig.2.1.9 General pictures of ARB[29)]

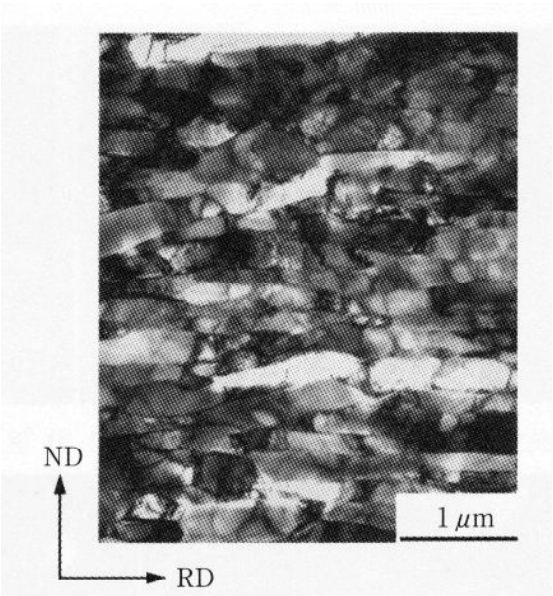


Fig2.1.10 Microstructure of IF steel by 6pass ARB at 773K

2.1.2.3　HPT 法

Bridgman によって開発された HPT 法（High Pressure Torsion）は、円柱素材を上下 2 分割した金型内に投入し、軸方向から大きな圧力で加圧した状態で、周方向に上下金型を相対的に逆回転、もしくは一方の金型を固定して他方に回転を付与する事によって、上下金型の境界領域で円盤状に強いせん断ひずみを生じさせる強ひずみ加工法の一種である。Fig.2.1.11 に示したように、軸方向圧力によって被加工材に静水圧を生じさせる事によって、素材の破断限界を大幅に向上させる事が可能となる。結果として、大きなせん断ひずみを与える事が可能となる強ひずみ微細化手法である。

この手法は金型に挿入した状態でせん断ひずみを与えるため、基本的に室温を含めた恒温状態でのひずみ付与が前提となる。現時点において開発されている強ひずみ法の中で最も大きなひずみを付与できる SPD 法であり、近年では“強ひずみ”から“巨大ひずみ”と呼称する動きもある。

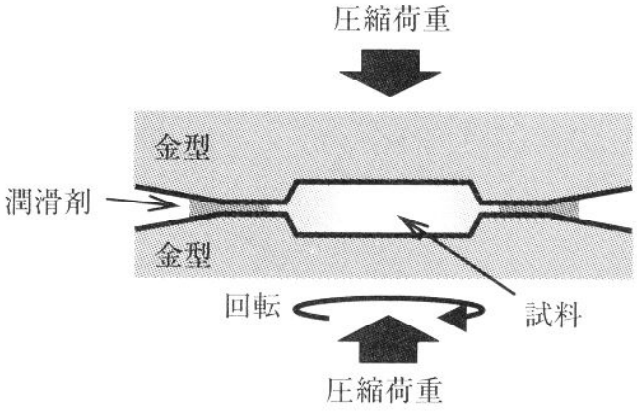


Fig.2.1.11　General picture of HPT [25)]

酒井、中村等は、上下の金型とは別に軸力負荷を可能にした新 HPT 装置を考案した。Fig.2.1.12 に示したように、加圧は基本的に加圧ピンにて付加しながら回転捻りを付与する方法で、Al-Mg-Sc 合金のΦ10×8mm の試料について HPT 処理し、約 200nm の微細粒を得た事を報告している。[26)27)]

HPT 法は、結晶粒微細化効果は非常に大きいものの、非常に大きな軸圧力による静水圧付与のため、金型構造上の制約で連続性を得る事は極めて困難であり、工業的実用化は極めて難しいと言える。

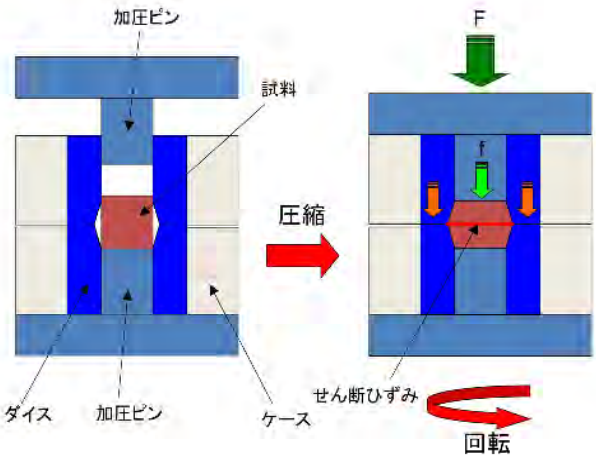


Fig. 2.1.12　General picture of HPT[32)]

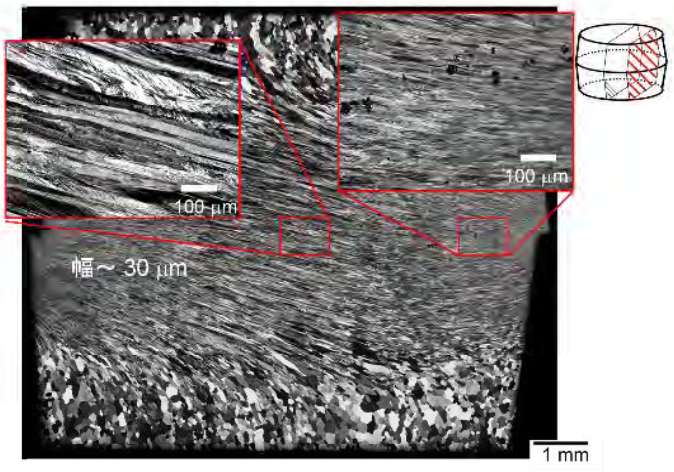


Fig.2.1.11 Microstructure after HPT treatment[33)]

2.1.3.4　捻り押出法

捻り押出法は水沼等によって開発された結晶粒微細化法であり、Fig.2.1.12に示すように、押出加工中にダイスを回転させることによってせん断ひずみを付与して微細化する。[28)29)]押出中の高い圧力下で捻り変形を付与するため、金型と素材の焼き付きが大きく低融点合金に適用が限定される。

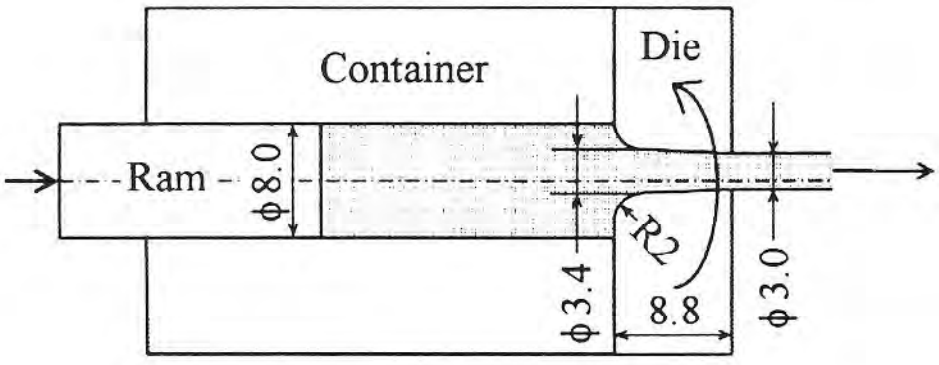


Fig.2.1.12　Principle of torsion extrusion

2.2 従来の強ひずみ結晶粒微細化法（SPD）の課題

従来開発されてきた SPD 法は、基本的に金型もしくは圧延ロールなどで大きな塑性加工ひずみを付与する手法が大半である。すなわち、金型で素材を屈曲させる ECAP 法、大きな軸力で金型に素材を拘束して回転捻りひずみを付与する HPT 法、ロールを用いて大きな圧下量を繰り返し与える ARB 法等が代表例である。

これらの手法により、結晶粒微細化について大きな効果が得られる事が多くの綿密な研究により明らかにされている。また多くの合金に関する結晶粒微細化の研究によって、微細化によって機械的特性・耐食性等の特性向上を添加元素に頼ることなく実現できる手法として極めて重要である。

しかしながら多くの研究にも拘わらず、SPD 法による工業製品への適用事例は広範囲であるとは言えないものの、高付加価値の半導体のスパッタリングターゲット部材等に適用されてきた。

従来の微細化効果を得るために、SPD 法において明らかになった重要な技術要素は“せん断ひずみ”の付与である。しかしながら従来プロセスでは、せん断ひずみを金型によって付与することから、ECAP の例などで分かるように短尺素材の押し曲げによるバッヂ処理であり、連続処理でない点が大きな課題である。またせん断ひずみ付与に大荷重を要することから、金型などの負荷・損傷が大きく広範囲な工業的適用に課題があった。

また金属材料の大きな比率を占める熱処理への対応も課題の一つである。結晶粒微細化材は、熱処理における再加熱によって粗大化する事が避けられない。すなわち微細結晶となった素材でも、後熱処理で高温度に長時間に保持する事によって結晶粒は粗大化し、微細化効果は消失してしまう。

従来からの SPD 法の多くでは、ひずみ付与する際に金型を使用する事から、強ひずみと熱処理を同時に実施する事が出来ない。このため従来 SPD 法では、適用可能な金属材料の制約が存在した。

SPD 法は、添加元素に頼らない事から、非資源国である日本において、レアメタル不足の課題などを克服する事が出来る極めて有効な手法である。その一方で、連続性および熱処理の課題によって実用化が進まない状況にあると言える。

以上より、連続性、金型不要で熱処理可能な強ひずみ結晶粒微細化法が必要であることが分かった。

2.3 連続結晶粒微細化法“RMA-CREO”の開発

我々が開発した RMA-CREO は **C**ontinuo **R**uotato **E**volutione **O**rganizzazion di Metallo-Processo（イタリア語）、開発当初 STSP（Severe Torsion Staining Process）呼称していたが、最も大きな特徴である連続性を含む言葉ではなかった事から、RMA-CREO に名称を変更した。[30)31)]

また RMA は、Renasciment Metalli Arty（イタリア語）の略であり、金属の復活技術を意味する。これは添加元素などを追加使用せずに、その金属材料が本来持っている潜在的な特性を結晶粒微細化で顕在化させる意味を持っている。

2.3.1 CREO 処理の概要

CREO プロセスは、局部的に加熱した棒材に回転変形（捻り変形）を与えるとともに、加熱変形部分を軸方向に移動させることにより、連続的に大きなせん断ひずみ付与を実現したものである。

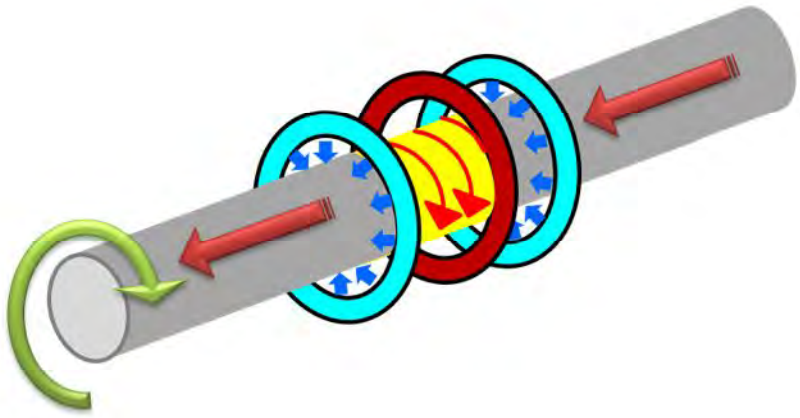


Fig.2.1.13　Principle of CREO process

Fig.2.1.13 に示したように棒材の一部を高周波コイルにより加熱するとともに、加熱部の両端を水冷することで局所的に低変形抵抗の領域を形成する。棒材の両端を保持しして一方に回転力を付与することにより、低変形抵抗の加熱部のみに捻り変形を集中させることができる。この変形は大きなせん断変形であり、非加工材である金属材料の結晶粒を非接触で微細化させることが可能となる。

また加熱領域に捻り変形を与えつつ材料を軸方向に移動することによってせん断ひずみを付与し続けることが可能となり、せん断ひずみが付与された領

域は加熱部端に設置された水冷装置により強制冷却されて、加熱保持による結晶粒粗大化を防ぐ事が可能となる。

これら一連の CREO によるせん断ひずみ付与と強制冷却によって、連続的に従来の強ひずみ加工並みの微細化組織を得ることが可能となった。

CREO 処理におけるひずみ量は、高周波による加熱幅と回転数および横移動速度によって決まる。すなわち Table2.1.1 に示した下記の式によって算出できる。

$$\varepsilon = 2\pi NR/(3^{1/2}t)$$

CREO 処理の効果は、加熱状態で捻り変形が付与可能であれば発現され、基本的に構造用合金の大半に適用可能と考えられる。Fig.2.1.14 に示したように、多くの材質で微細化効果が得られた。

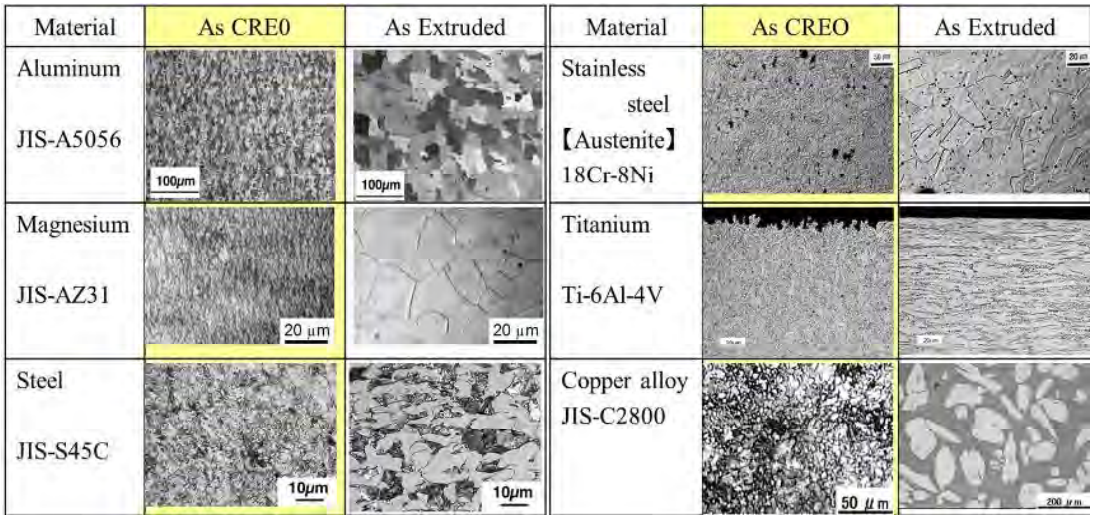


Fig.2.1.14　Micro structure of alloys

2.3.2　CREO 装置の開発

現時点までに CREO 処理装置を大きく 5 段階に開発してきた。(Fig.2.1.15,16)

第 1 段階として、基礎試験機を開発し、基本技術となる冷却構造や CREO 処理条件の定量化を推進した。サイズはΦ12mm で CREO 処理長は 50mm であった。【No1:1 号機】本機を使用して、Fig.3.1.14 に示したように多くの材質について CREO 処理効果による微細化効果を確認した。

第 2 段階としては細径材料についてコイル材を使用した連続処理装置の開発を行った。【No2：2 号機】

第 3 段階としては、鍛造テスト等に使用するためにΦ30 まで処理可能外径を拡大した【No3：3 号機】を開発した。基本的な構造は 1 号機に準じたもので、市販の旋盤を回転送り機構として流用した構造とした。

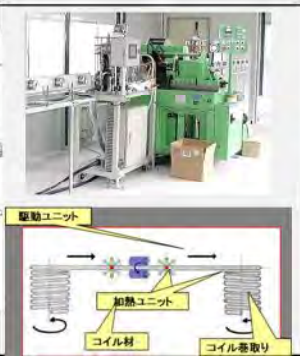
		No.1	No.2	No.3
		Basic test	Continuous CREO test	Test for large size
Period		2002,12～	2004,1～2006	2005,2～2006,5
SPEC	Diameter	φ12	Max φ20	Max φ30
	IH power	11KW	18KW×2	50KW
	CREO length	50mm	Coil	300mm
	Rod length	500mm (Yield 10%)	Depend on coil length	1500mm
	Cooling	Ring spray	Ring spray	Ring spray
	Speed	Max 300mm/min	Max 600mm/min	Max 1,000mm/min
	Rotation	Max 100rpm	Depend on roll angle	Max 564rpm
	Data	Temperature,Rotation speed, torque etc	Temperature	Temperature
Outlook				

Fig.2.1.15　Fist step of CREO machine development

4 号機以降は、実用機としての特性を持たせることから、機械メーカとの共同にて実用試験機を開発した。サイズはΦ50mm まで処理可能としたもので処理長さは約 1,000mm とした。No1～4 までの CREO 処理装置は、材料取付は棒材に開けておいた穴にボルトを差し込み、装置側の取付ジグにセットする方

式であった。ただし温度の設定および測定や処理トルクの測定などの、操作の自動化を大幅に進めながら測定機能を向上させた。

		RN-1 Trial for large size	RN-2 Mass production trial
Period		2006,1～2007,6	2007,6～
SPEC	Diameter	Max Φ50	Max Φ90
	IH power	50KW	50KW
	CREO length	Max 1,000mm	Max 3,000
	Rod length	Max 2,000mm (Yield 50%)	Max 4,000 (Yield 75%)
	Cooling	Max 3.2L/min	Max 35L/min
	Speed	Max 1,000mm/min	Max 1,000mm/min
	Rotation	Max 200rpm	Max 110rpm Both side rotate individually
	Data	Temperature,Speed,Rotaion speed, torque etc	Temperature,Speed,Rotaion speed, torque etc
Outlook			

Fig.2.1.16 Second step of CREO machine development

No5【RN2】では更なる大型化長尺化として最大径Φ90mm で処理長さ 3,000mm（素材 4,000mm）とした。また冷却装置の改良および自動化の推進をはかった。特に冷却装置には、真空排気装置を開発したことから、No4 までの CREO 処理装置では冷却水量が最大で 3.2L/min であり、かつ冷却水が加熱コイル側に漏れ出して冷却が不安定であったが、No5(RN2)では最大水量を 35L/min まで増やしても、冷却ユニットからの漏水は無視できるほど少なくすることが出来た。

開発した CREO 処理装置について、詳細を以下に示す。

(1)バッヂ処理タイプの設備開発

基礎試験用として CREO 処理のバッヂ処理装置【1 号機】を開発した。使用素材の外径Φ12mm×500mm を使用し、CREO 処理可能な長さは 50mm である。高周波コイルは固定とし、素材は回転力を付与するモータを同架したステージ上に

取り付けて，ステージが移動する形式とした。

CREO 処理装置【1 号機】の外観を Fig.2.2.17 に示す。CREO 装置には、モータとクラッチ機構を有し、モータは回転数制御可能とした。モータおよびクラッチと棒材の連結は、棒材に穴空け加工しピンにて固定した。温度測定は、2 巻きとなっている高周波加熱コイルの間隙から、放射温度計にてアルミニウム棒材表面を測定する構造とした。

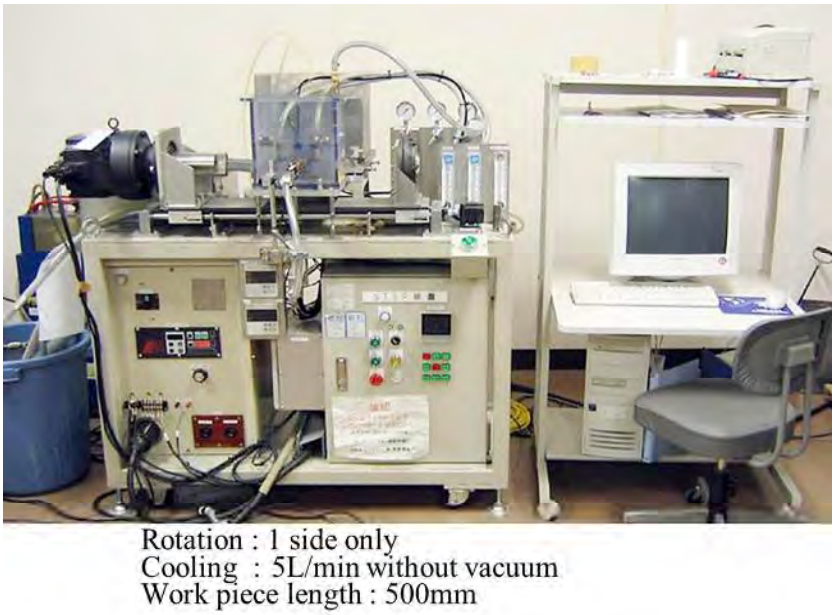


Fig.2.1.17 Outlook of CREO for basic test

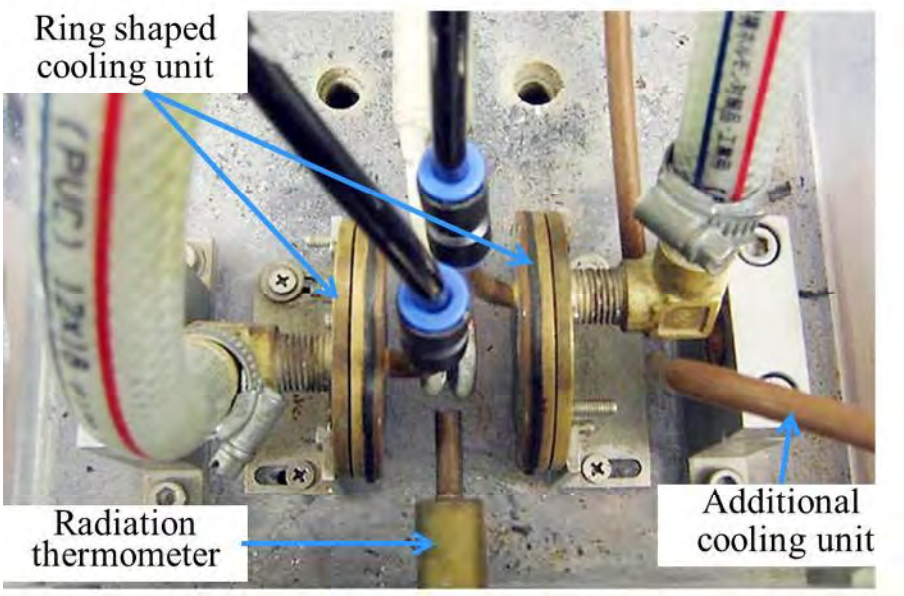


Fig.2.1.18 Detail of heating and cooling unit of No1 CREO machine

CREO 処理装置 1 号機の冷却は、上方からの冷却水噴霧としていたが、冷却能力が不足し、かつ 1 方向のみの偏った冷却となることから、Fig.2.1.18 に示すようにリング形状の冷却装置を開発して設置した。リング内に冷却水を充満させた後に、内側に開口したノズルから半径方向に冷却粋を吹き出す構造とした。これにより全周方向からの冷却にすることで、冷却の安定化および局所集中化を実現した。しかしながら使用した冷却水は下方に落下することから、棒材の上下で冷却に差を生じることは避けられなかった。

(2)外径および CREO 処理長さの大型化

処理サイズの大型化および自動化により、実用機としての特性を持たせることから、機械メーカとの共同にて実用試験機【No4：RN1】を開発した。サイズは最大Φ50mm×処理長さ約 1,000mm（素材長 2,000mm）とした。高周波出力・捻り回転上昇速度・横移動速度等の処理条件を全て一元的に制御可能な制御ユニットを設置した。（Fig.2.1.19）

冷却ユニットは、冷却水噴出開口部の精度向上などの改良を加えたが、Fig.2.1.20 に示したように、基本的に冷却水は下方に流れ出す構造であり、冷却ユニット株に排出用の樋が設置されている。本構造のため、冷却水量は最大でも 3.2L/min であり、また重力の影響および加熱領域への冷却水の流れ込みによって、捻り変形中の曲がり発生の問題が解消出来ず、捻りひずみ量を抑えた条件にて CREO 処理を実施した。

Fig.2.1.19　CREO test machine for application study

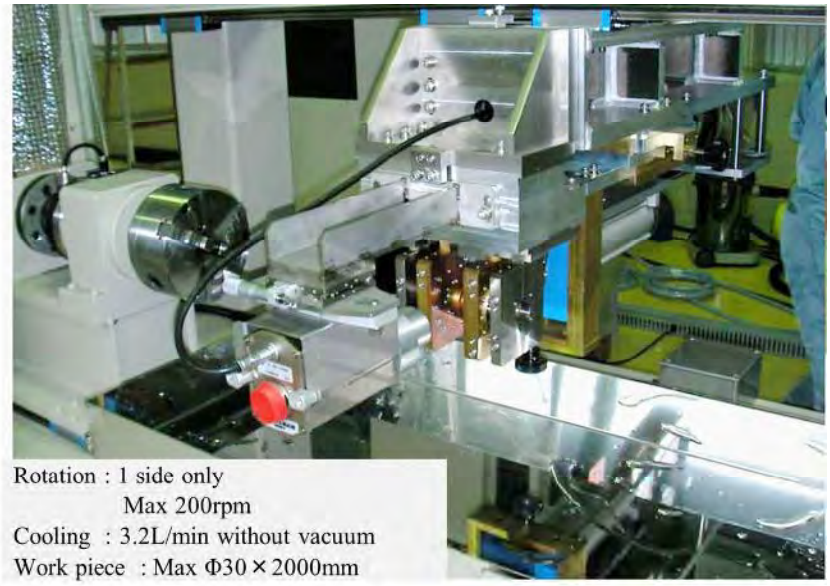


Fig.2.1.20 Detail of heating and cooling unit of No2 CREO machine

(3)長尺化および冷却装置の改良

No5【RN-2】では、最大径Φ90mm で処理長さ 3, 000mm（素材 4,000mm）まで長尺大型化した。また自動化も進め、材料の着脱についても油圧チャックの採用により、素材の穴加工を廃止することか可能となり、着脱時間も大幅に短縮することが出来た。Fig.2.1.21 に No5【RN-1】CREO 処理装置の外観を示す。

Fig.2.1.21　Outlook of CREO machine No5

また冷却装置については、冷却水の落下や加熱領域への流れ込みを抑制するため、冷却水の出口を設けた上で真空排気装置を取り付けることによって排水側からの負圧を与える構造とした。(Fig.2.1.22)

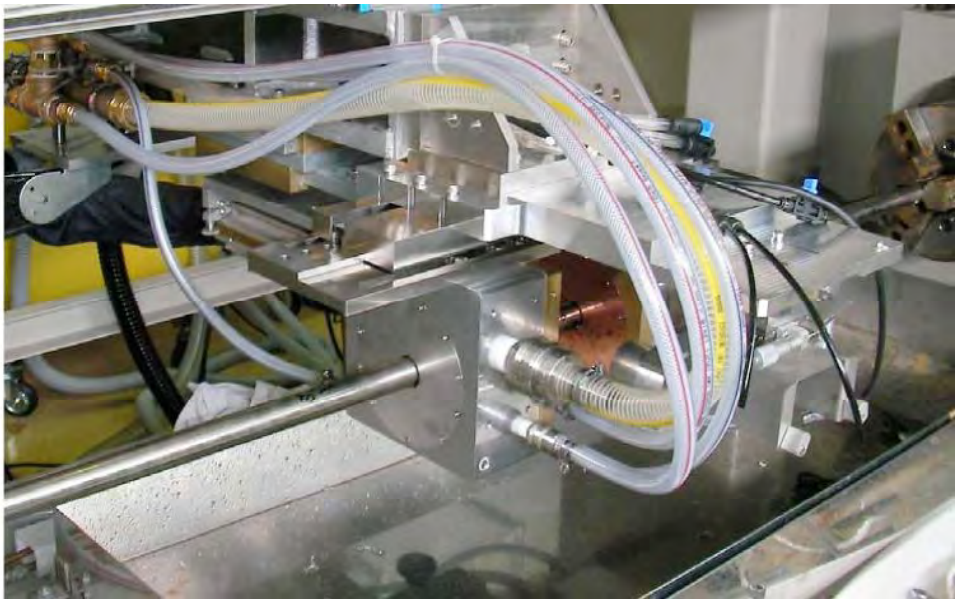


Fig.2.1.22 Outlook of heating and cooling unit

真空排気装置を取り付けた冷却ユニットの構造を Fig.2.1.23 に示した。冷却水は一旦外筒側を通過して、冷却筒のコイル側端部にて棒材と接する内筒に入り込み、棒材を冷却する。冷却に使用された水は他端より排出される。
排出された回路中に真空装置を取付て負圧を発生させることで、冷却水の流れを円滑にする。コイル側のシールは、棒材との間には摩耗を防ぐために約 0.2mm 程度の隙間を設置しているが、冷却水の漏水は基本的に発生させないことが可能となった。

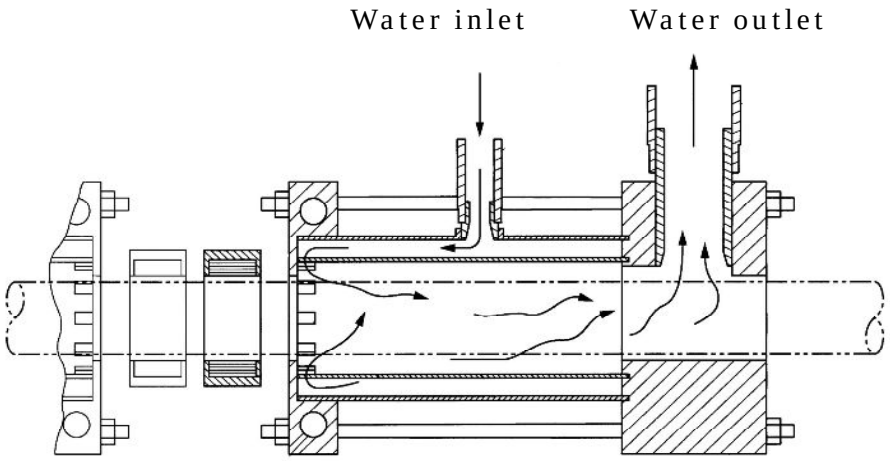


Fig.2.1.23 Structure of cooling unit with vacuum

No4 までの CREO 処理装置においては冷却水量が最大で 3.2L/min であり、かつ冷却水が加熱コイル側に漏れ出して冷却が不安定であったが、No5(RN2)では最大水量を 35L/min まで増やしても、冷却ユニットからの漏水は無視できるほど少なくすることが出来た。

本設備の開発によって、CREO 処理装置としては一定レベルの完成形にできたと考えている。

(4)連続 CREO 処理装置処理

棒状金属素材は、直棒とコイル材が提供されている。材料処理の大量生産に CREO 処理を適用する際には、バッヂ処理タイプの CREO 処理装置では、コイル状に巻き取られている素材回転させる必要があり、実用上大きな障害となる。そこで長尺コイル材に CREO 処理を適用するために、2 カ所に CREO 処理機能を設置し、2 カ所で正逆の回転を付与する事で、コイルボビンを回転させることなく処理可能なプロセスを考案した。基本的な概念を Fig.2.1.24 に示す。

長尺コイル状素材を使用する事で、大量生産が可能となり極めて高い材料歩留まりとなるが、装置は大型であり条件調整が重要となる。

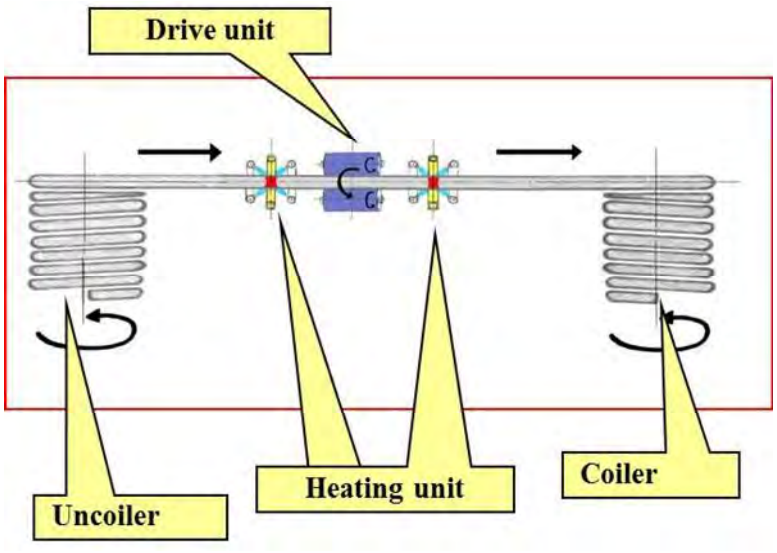


Fig.2.1.24　Principal of continuous CREO process

プロセスとしては、コイル状素材をアンコイラーで直線化し、1 回目の CREO 処理で回転した素材を、2 回目の逆回転かつ同回転数の CREO 処理する事で、コイル材の回転を防止可能となる。捻り変形の付与は 2 カ所の加熱領

域の間の冷却された棒材部分を拘束して行う。CREO 処理は 2 回施される事となり、結晶粒微細化を促進する事も可能となる。

長尺連続 CREO 処理の試験装置の外観を Fig.2.1.25 に示した。

Fig.2.1.25　Picture of continuous CREO test machine

2.4 結　　言

本研究において、連続性を有する結晶粒微細化プロセス“ RMA-CREO ”を開発し、以下の効果を得る事が出来た。

1,　局部加熱冷却と捻りひずみの組合せより、連続せん断強ひずみを付与する金属結晶粒微細化法“RMA-CREO”を開発出来た。

2,　CREO 処理によって、構造用合金であるアルミニウ・マグネシウム・鉄鋼・チタン・銅合金の大半について結晶粒微細化できた。

3,　本法は、金型を使用しないダイレス処理法であり、他の SPD 法と比較して高耐久性の微細化法となった。

4,　装置の大型化および真空吸引冷却装置等の開発により、実用レベルの CREO 処理設備の開発が出来た。

5,　2 カ所の正逆回転 CREO 処理の組合せ技術により、長尺コイル材の連続 CREO 処理が可能となることを明らかにできた。

【参考文献】

1) 日本金属学会編 金属便覧 p322-324

2) 井上 明久“ナノメタルの応用（シーエムシー出版）”p70

3) 内尾 健司、Nabil Zakharry、中村 克昭、中垣 道彦
“粒子すべりモデルを用いた構成則による超塑性材料の軸圧縮／引き張り”
日本機械学会材料力学部門講演会講演論文集 418（2001,8,1）

4) Minoru Furukawa , Patrick B.Berbon , Zenji Horita , Ninoru Nemoto, Nikolai K. Tsenev , Rusian Z. Valiev , and Terence G. ,Langdon
“Age Hardening and the Potential for Superplasticity in a Fine-Grained Al-Mg-Li-Zr Alloy ”
METALLUGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS VOLUME 29A , JANUARY (1998) P169-177

5) 中野 博昭、孫 仁俊、大原 秀樹、大上 悟、中村 克昭、福島 久哲
“連続ねじり加工を行った Al-Mg 合金の耐孔食性”
表面技術 第 59 巻 第 6 号(2008) 43－48

6) 中野 博昭、孫 仁俊、大原 秀樹、大上 悟、中村 克昭、福島 久哲
“陽極酸化 Al-Mg 合金の耐孔食性に及ぼす連続ねじり加工の影響”
日本金属学会誌 第 73 巻 第 5 号(2009) 739－744

7) 大上 悟、中野 博昭、倉井 大輔、福島 久哲、中村 克昭、
増田 正孝
“陽極酸化 Al-Mg 合金の電解着色後の色調に及ぼす連続ねじり加工の影響”
日本金属学会誌 第 72 巻 第 9 号(2008) 799－400

8) 日本金属学会編 金属便覧 p620

9) 松原 隆二、伊藤 幸三、芦江 伸之、萩原 光一、中村 克昭
“熱間延性に優れた銅－亜鉛合金の諸特性（第 1 報）”
第 48 回塑性加工連合講演会 p5 1997

10) 白石 成輝、中島 康紀、中村 克昭、東 洋司、内尾 健司、芦江 伸之、
松原 隆二
“銅合金のニアネットシェイプ鍛造”
型技術 第 16 巻 第 13 号 p74、12.2001

11) 中村克昭、竹之下秀満、芦江 伸之、松原 隆二、東 洋司
新銅合金 EES の特性と超塑性鍛造への応用

素形材　2001、9　p16

12) 中村　克昭、久塚　清和、阿部　洋典
“高強度・高耐食性・高鍛造加工性の新材料「ＴＺメタル」”
プレス技術　第 37 巻　第 2 号　1999　p75～80

13) Superplastic Forming of Corrosion Resistance CuZnSn Alloys
R.Matsubara,N.Ashie、K.Nakamura and S.Miura
Material Science Forum Vols.304-306(1999) pp.753-758

14) H.Honda,R.Matsubara,N.Asie,K.Nakamura and S.Miura
“Superplastic Deformation and Shape Memory Effects of Cu-Zn-Sn Alloys“
Material Science Forum Vol.327-328 (2000) 477-480

15) H.Honda,R.Matsubara,N.Asie,K.Nakamura and S.Miura
“Development of Superplasatic Corrosion Resistant Cu-Zn-Sn Shape Memory Alloys.“
Material Science Research International ,Special Technical publication 2 (2001) 347-350

16)　日本金属学会編　金属便覧　ｐ485、ｐ497

17)　日本金属学会編　金属便覧　ｐ620、ｐ884

18)　日本金属学会編　金属便覧　ｐ912

19)　日本金属学会編　金属便覧　ｐ627

20)　A.Azushima , r.Kopp , A.Korhonen , D.Y.Yang , F.Micari , G.D.Lahoti , P.Groche , J.Yanagimoto , N.Tsuji , A.Rosochowski , A.Ynagida
“Severe plastic deformation(SPD) processes for metal”
CIRP Annals-Manufacturing Technology 57(2008)716-735

21)　森永　正彦、古原　忠、戸田　祐之
“金属材料の加工と組織（共立出版）”ｐ132

22)　堀田善治、古川　稔、Terence G. Langdon、根本　實
“新しい組織制御法としての ECAP”
まてりあ　第 37 巻　第 9 号(1998)

23)　K.Neishi , T.Uchida , A.Yamauchi , K.Nakamura , Z.Horita , T.G.Langdon
“Low-temperature superplasticity in a Cu-Zn-Sn alloy prpcessed by

severe plastic deformation ”
Material Science and Engineering A307 (2001) 23-28

24) K.Neishi , T.Uchida , A.Yamauchi , K.Nakamura , Z.Horita and T.G.Langdon
“ Attaining low-temperature superplasticity in a Cu-Zn-Sn alloy Using Equal-Channel Angular prpcess ”
PRCIM4 (2001) 2011-2014

25) 森永　正彦、古原　忠、戸田　祐之
“ 金属材料の加工と組織（共立出版）”ｐ132

26) Genki Sakai , Katsuaki Nakamura , Zenji Horita , Terence G.Langdon
“ Developing high-pressure torsion for use with bulk samples ”
Material Science and Engineering A406 (2005) 268-273

27) Genki Sakai , Katsuaki Nakamura , Zenji Horita , and Terence G.Langdon
“ Application of High Pressure Torsion to Bulk Samples ”
Material Science Forum Vols. 503-504 (January 2006)pp.391-396

28) 寺西 大志、高津　正秀、辻川　正人、水沼　晋、高橋　肇
“ 高速回転ねじり押出しにおける加工特性と微細化効率 ”
第 58 回　塑性加工連合講演会　(2007,10,26)　ｐ169

29) 高津　正秀
“ 難加工マグネシウム合金の結晶粒微細化技術と超塑性鍛造 ”
塑性加工シンポジウム　第 252 回（2006）ｐ17

30) 中村　克昭、根石　浩司、金子　賢治、堀田　善治、中垣　道彦
“ 恒温鍛造用金属素材の連続結晶粒微細化プロセス ”STSP“ ”
アルトピア 2003 12

31) Katsuaki Nakamura,Koji Neishi,Kenji Kaneko, Michihiko Nakagaki and Zenji Horita
“ Development of Severe Torsion Straining Process for Rapid Continuous Grain　Refinement ”
Materials Transactions,45(2004)3338

第 3 章　強捻り局部加熱急冷連続結晶粒微細化法の各種合金への適用

開発した強ひずみ局部加熱冷却連続結晶粒微細化プロセス“RMA-CREO”をアルミニウム合金およびマグネシウム合金に適用し、結晶粒微細化の効果について確認した。アルミニウム合金は軽量構造用合金として知られ、多くのすべり面を有する面心立方格子（Face Centered Cubic lattice : FCC）構造を持つことから、同じ構造を有する銅合金、金、銀などと同じく高い塑性加工性を有する合金である。

一方、マグネシウム合金はアルミニウム合金よりも軽く、実用合金として最軽量の合金であり、稠密六方格子（Hexagonal Closed Packed lattice : HCP）構造を有する。室温で延性を示すすべり面が(0001)面に限定されることから、延性に乏しく、アルミニウム合金と逆に塑性加工性の低さが課題となっている。

以上の、異なった結晶構造及び塑性加工性を有する 2 種類の合金について、RMA-CREO を適用し、結晶粒微細化および塑性加工性について研究した。

3.1　FCC（アルミニウム）合金への適用

3.1.1　緒　言

FCC 合金の代表例として A5000 系 Al-Mg 非調質アルミニウム合金を選定し CREO 処理適用における結晶組織微細化および機械的特性向上について研究を行った。[1)~5)]

Al-Mg 系合金は、非調質型としては最高レベルの高強度を示すアルミニウム合金で、輸送機器を初めとして多く使用されている。[6)]

FCC 系アルミニウム合金は多くの滑り面を有しており、非常に高い塑性変形能を示す合金である。従って結晶粒微細化の効果は、高強度化や耐食性向上目的が望まれ、塑性変形能の向上についてはニーズが限定的である。

非熱処理型合金への CREO 処理適用においては、処理温度と付与するひずみ量によって結晶粒微細化の程度が異なることが予想される。すなわち Z パラメータに依存することが推定でき、低温・大きなひずみ量ほど結晶粒は微細化するものと推定できる。しかしながら低温になるほど延性は小さくなり付与するひずみ量は小さくなる。また加熱されていない母材部分と加熱部分の変形抵抗には相対的に差が生じることが CREO 処理メカニズム成立の必要条件であることから、低温側に限界が存在することが予想される。

そこで本研究では、温度と回転数を変化させて CREO 処理することによって、結晶粒径および棒材の半径方向の結晶粒径分布を調べた。また CREO 処理による機械的性質の向上についても引張試験を実施して調べた。

3.1.2　実験方法

3.1.2.1　供試材

試料は市販の Al-Mg 系合金の A5056 引き抜き棒材を使用した。試料の組成を Table1 に示す。

Table　3.1.1 Chemical compositions of A5056 alloys (mass%).

Alloy	Al	Mg	Zn	Mn	Cu	Fe	Si
A5056	Bal.	6.4	—	0.06	0.01	0.06	0.05

試料寸法がΦ12mm で長さ 2000mm の棒材から、500mm の長さに切断した。その後、CREO 設備と棒材の取付を目的として、試料両端にΦ5.3mm の穴開け加工を行った。

3.1.2.2　CREO 処理法

3.1.2.2.1　CREO 処理の基本原理

本実験に用いた CREO 処理法の基本構造を Fig3.1.1.に示した。

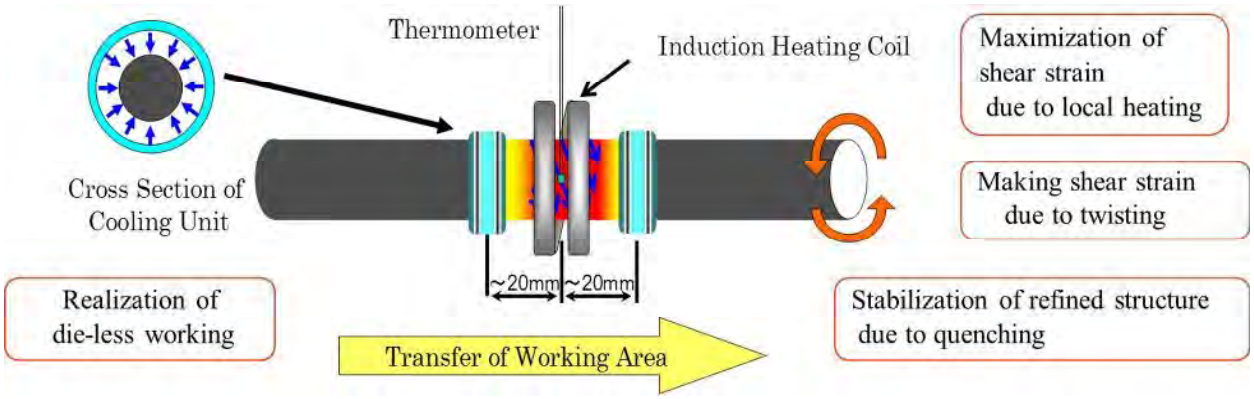


Fig.3.1.1　Principle of CREO process

棒状試料を高周波コイルによって設定温度まで加熱し、コイル両端に設置したスプレーから水冷することにより、加熱軟化する領域を狭くし、かつ捻り変形を付与して微細化した組織が加熱によって再度粗大化する事を抑制するために冷却する。局所的に加熱軟化させた棒材に対して、試料の一端を固定し、他端をモータ駆動により回転力を付与する事によって捻りひずみを加熱軟化部に集中さる。棒材長手方向に対して、斜め方向に捻り変形、すなわち半径方向にひずみが付与される。棒材は長手方向に移動させていることから、半径方

向に対して、回転速度と送り速度の比によって、捻り角度は変化しているものの、せん断ひずみが付与されることとなる。

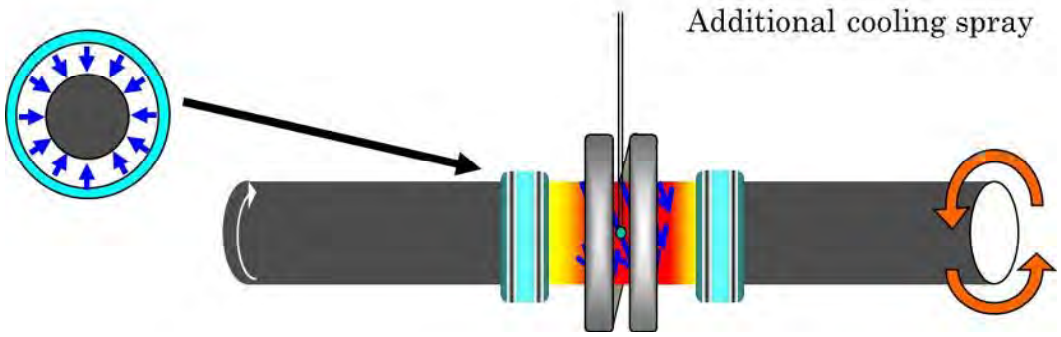


Fig.3.1.2　Principal of additional cooling spray

3.1.2.2.2　CREO 処理装置

使用した CREO 処理装置の外観を Fig.3.1.3 に示した。使用素材の外径Φ12mm×500mm を使用し、CREO 処理可能な長さは 50mm である。高周波コイルは固定とし、素材が移動する形式とした。

CREO 処理には Fig.2.1.16 に示した 1 号機を使用した。

本研究で使用した CREO 処理装置の冷却は、Fig.3.1.2 に示したように、上方から冷却水を霧状に噴きつけることで行った。しかし、本手法では以下のような問題点が発生した。

① 冷却領域の拡散による、捻りひずみ量の低下

② 上方からのみの冷却による、方向および重量の影響による冷却ムラ発生

③ 噴霧状冷却による冷却能力不足の懸念

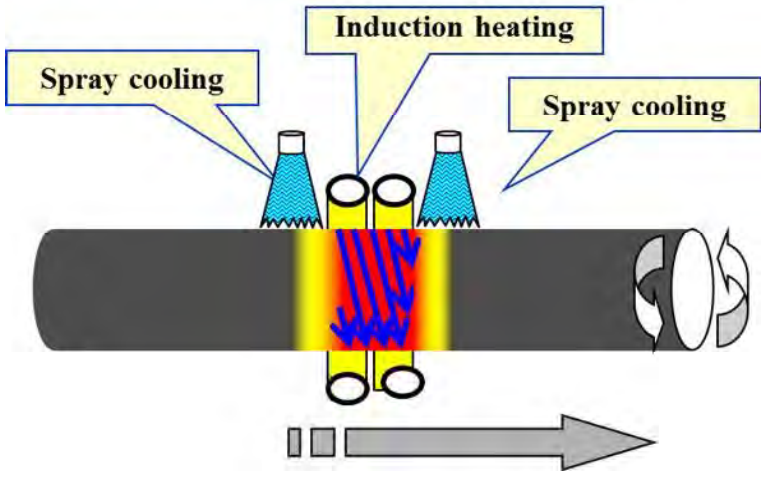


Fig.3.1.2 Principle of CREO process

以上に示した冷却の問題を解消すべく Fig.2.1.17 で示したリング状冷却を

考案し設置した。全周方向からの冷却にすることで、冷却の安定化および局所集中化をはかった。

更に本研究では、CREO 処理における冷却能力と結晶微細化の関係について調べるため、追加冷却装置を設置した。加熱冷却ユニットにおいて、リング状冷却ユニットの後方に、水冷ノズルを設置することで、冷却能力を向上させた。

リング状冷却スプレーは。コイル中心から軸方向前後に 25mm 離れた位置に設置した。

本研究で、冷却装置を上方からの噴霧で行った形式を【上方冷却】と以下に記し、リング状冷却で行ったものは【リング冷却】と記した.

CREO 装置には、モータとクラッチ機構を有し、モータは回転数制御可能とした。モータおよびクラッチと棒材の連結は、棒材に穴空け加工しピンにて固定した。温度測定は、2 巻きとなっている高周波加熱コイルの間隙から、放射温度計にてアルミニウム棒材表面を測定する構造とした。

【CREO 処理装置操作手順】

CREO 処理装置では温度、回転数、移動速度の 3 つの要素を制御できる。具体的には以下のような順序で CREO 処理を行った。

1) Φ12mm、長さ 500mm に切断した素材の両端部から 10mm の位置に Φ5.3mm の棒材固定穴を設ける。
2) 棒材を CREO 処理装置にボルトで固定する。
3) 試料を加熱し、目標温度に達した後に、棒材軸方向に横移動しつつ、モータのクラッチを繋ぎ、捻り変形を付与する。
4) 50mm の移動を完了するとクラッチが切られ, 捻り変形が停止する。その後に、台の移動とモータの回転が停止し、CREO 処理が完了する。

3.1.2.2.3　CREO 処理条件の定義

CREO 処理において、付与するひずみ量を定義するために、試料の回転数と送り速度を複数の組み合わせを用いて評価する値として CREO-Value と呼ぶ値を定義し、以下の式で表した。

CREO-Value＝（周速／送り速度）＝2πRn／V

R：試料半径（mm）

n：回転数（rpm）

V：送り速度（mm/min）

棒材捻り変形において破断は表面部の最大せん断ひずみによって規定される。CREO 処理においては、横移動速度を折り込むことで、捻りひずみによる破断限界を表すことが可能となる。すなわち CREO－Value が大きくなると、横移動距離に対して捻り変形量が相対的に大きくなる。

CREO-Value を定義することで、同一材料において棒材外径が異なる場合に、破断限界値を容易に推定できる。

3.1.2.2.4　温度測定

CREO 処理中の温度測定は放射温度計にて実施した。アルミニウム合金の CREO 処理は 400℃以下で行うことから、赤外線放射量が十分でなく、またアルミニウム合金の表面反射により温度測定誤差が発生しやすい。

このため温度較正として、棒材に熱電対を挿入して試料温度を測定した。Φ12mm の棒材にΦ1.2mm の穴を、深さ 5.5mm(試料中心)、11.5mm(試料表面)の 2 種類の深さで穴あけ加工した。この穴に CA 熱電対を挿入した。温度測定時は、捻り変形を付与しない条件で実施した。

3.1.2.2.5　CREO 処理条件

1)CREO 処理における破断限界の把握

横移動速度を一定として、温度と回転数および冷却の強さをパラメータとして CREO 処理の破断限界を調査した。条件を Table3.1.2 に示した。

横移動速度を一定としたことにより、回転数の増減によってひずみ量が変化する。また冷却能の差によって加熱幅が変化するものと予測し、加熱幅が狭くなるとひずみを付与される幅が狭くなることから、ひずみが集中して破断しや

すくなる傾向を予測して冷却条件を設定した。

Table3.1.2. Condition of CREO

Temperature（℃）	300、450
Rotation speed（rpm）	10～40
Transverse velocity（mm/min）	50
Cooling condition	Weak， Strong

2)CREO 処理の複数回処理

結晶粒微細化法である ECAP 法において、複数回処理する事で更なる結晶粒微細化効果を示す事が報告されている。[7)8)]これはひずみ付与の方向を交互にし、多くの部位に転位を導入することで、微細化を促進する目的で行われる。CREO 処理においても、微細化効果を最大化するために、交互の方向に対して複数回処理を行った。（Fig.3.1.3）

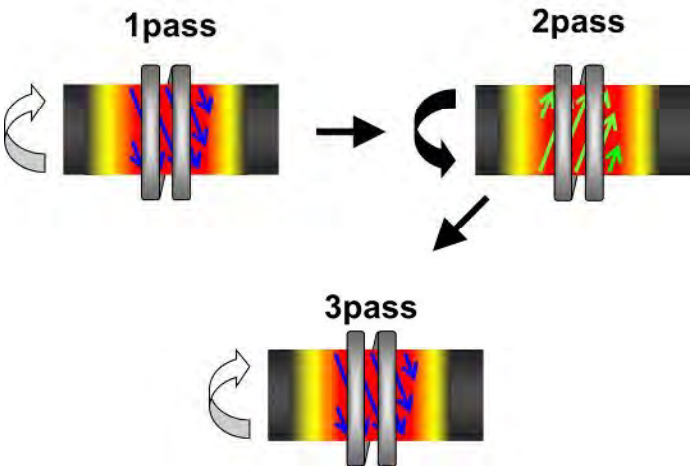


Fig.3.1.3 Image of multiple CREO treatment

CREO 処理は、1pass が右回転、2passes が左回転、3passes が右回転として、一回目の捻り回転方向と逆方向に捻った。温度は、Zener-Hollomon パラメータ(Z パラメータ)[9)]の考え方から、A5056 素材において CREO 処理可能な最低温度である 300℃とした。(Table3.1.3）

Table 3.1.3　Multiple treatment of CREO

Temperature（℃）	300
Rotation speed（rpm）	10
Transvers speed（mm/min）	50
Number of CREO treatment	1,2,3,4
Direction of Rotate	Right → Left → Right

CREO 処理の捻り変形挙動を把握するため Fig 3.1.4 に示すようにケガキ線を入れた。本実験は 450℃－回転数 10rpm－送り速度 50mm/min の捻り条件および 3 パターンの冷却条件で実施した。

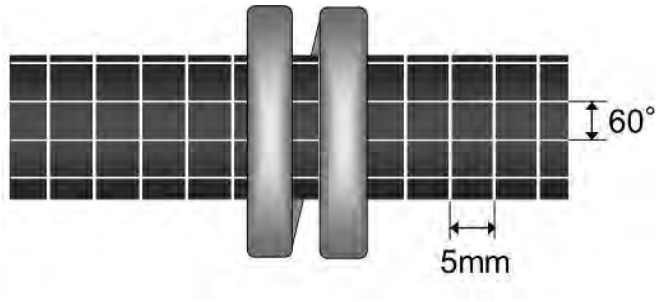


Table3.1.4　Dimension of mark line

3.1.2.3　結晶組織観察

(1)　光学顕微鏡組織観察

CREO 処理組織は Fig.3.1.5 に示したように、棒材の長手方向に対して直交断面（X 面)、および長手方向に対して平行断面（Y 面）を観察した。

観察面はエメリー紙で研磨後、アルミナ懸濁液でバフ研磨し、過塩素酸 20%－グリセロール 10%－エタノール 70%の電解研磨液を用い、20V で 30 秒後→10V で 2 分ほど電解研磨を行った。その後、バーカース液を用い 30V で 90 秒腐食し、光学顕微鏡（OLYMPUS　BH_2－UMA）にて観察を行った。

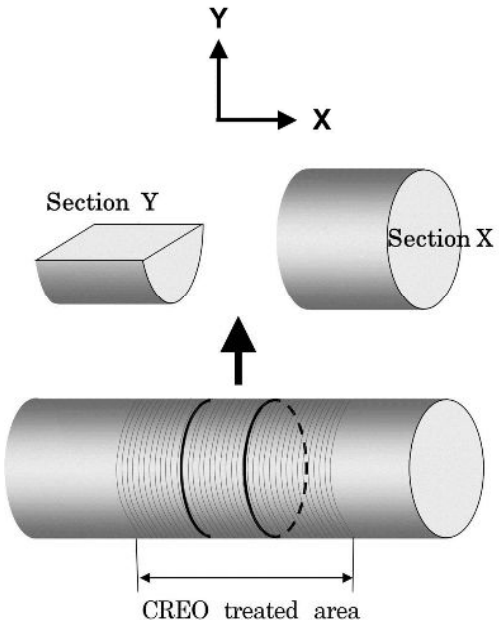


Fig 3.1.5　Section for Optical microstructure and SEM-EBSP observation

(2)　SEM-EBSP 観察

CREO 処理の走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope:SEM)による電子後方散乱回折像法(Electrode Back Scattering Pattern:EBSP）観察は、棒材の長手方向に対しての直交断面（X 面）について実施した。

観察面（X 面）はエメリー紙 1000＃で研磨後、アルミナ懸濁液でバフ研磨し、過塩素酸 20%－グリセロール 10%－エタノール 70%の電解研磨液を用い、20V で 30 秒後→10V で 2 分ほど電解研磨を行った。

観察装置には HITACHI－4300SE　電界放射型走査電子顕微鏡（FE－SEM）と、TSL 社の OIM を使用した。解析に電子線後方散乱解析（EBSP）法を用い、試料は Ag ペーストで固定した。試料の粒径に合わせ 10×10（μm）～100×100（μm）の範囲で測定した。

(3) TEM 観察

CREO 処理により結晶粒微細化において、約 0.3μm である EBSP 分解能以下の詳細組織を観察するために透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope :TEM)を用い、最も微細な結晶組織となる低温条件で複数回の CREO 処理したサンプルの解析のみに使用した。Fig.3.1.6 に示したように、CREO 処理した棒材から放電加工で円周方向に厚さ 0.8mm で切出し、得られたディスク状試料の端部分をΦ3mm に打ち抜き、エメリー紙 1000♯で研磨して厚さ 100μm に調整した。その後、ツインジェット法で電解研磨をし、試料を薄膜化した。電解研磨液は過塩素酸 20%－グリセロール 10%－エタノール 70%を用い、20V で 30 秒後→7V で小さな穴が開くまで行った。観察位置は、CREO 処理棒材外周端から約 1.5mm の位置とした。

電子顕微鏡観察には日立製 H-8100 透過型電子顕微鏡を使用し、加速電圧 200kV で行った。

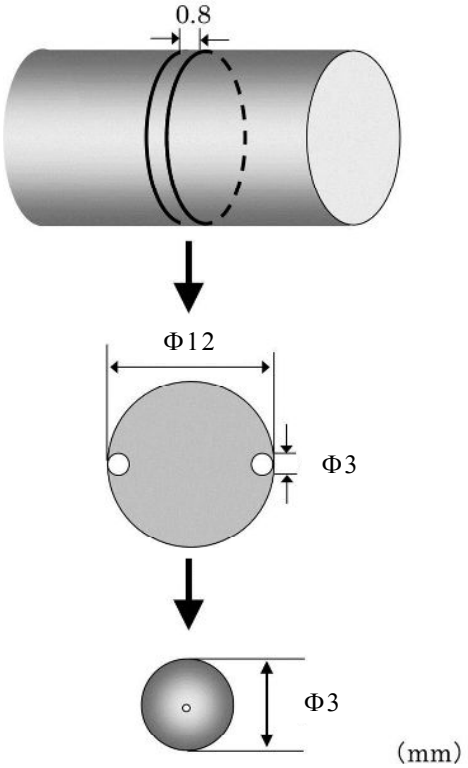


Fig.3.1.6　Section for TEM observation

3.1.2.4　引張試験

引張試験片は Fig.3.1.7 のように、ワイヤーカットおよびマイクロカッターに切り出し、エメリー紙 1000＃で両面とゲージ幅を研磨して、厚さを 1.5mm、ゲージ幅を 5.0mm、標点間距離 25mm にした。

引張試験機には、SHIMADZU AG-100E インストロン型オートグラフを用い、室温にてクロスヘッドスピード 0.3mm/min にて試験を実施した。

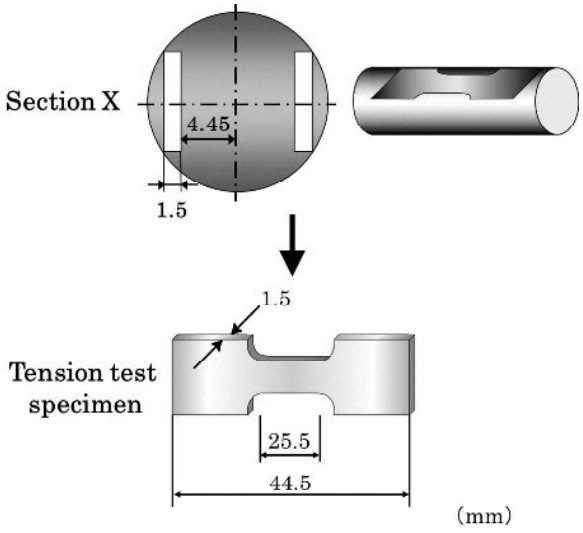


Fig.3.1.7　Dimension of tensile test specimens

3.1.3　結果及び考察

3.1.3.1 温度測定

設定温度 300℃における熱電対による温度測定結果を Fig.3.1.8 に示した。加熱軟化を示す 250℃以上を捻り可能範囲と設定すると、捻り変形を受ける領域は冷却能力によっての変化は見られず、弱冷却では約 19mm となり、強冷却では 18mm であった。ただし棒材送りの後端側、すなわち CREO 処理後に冷却されることとなる図中右側のプラス位置においては、水冷ノズルを追加した強冷却の方が、Fig.3.1.8 図において右側に位置する、CREO 処理後側において冷却速度が大きくなっていることが分かった。

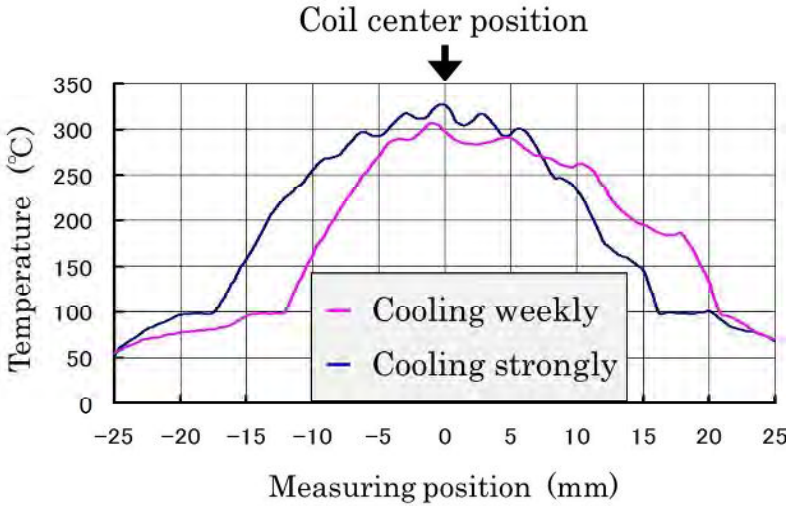


Fig.3.1.8 Temperature of CREO at 300℃

設定温度 450℃の温度分布を Fig.3.1.9 に示す。加熱温度が高いことから、熱伝導によって素材部分の温度まで 250℃以上となっており、冷却能力不足であった。ただし捻り後の冷却となるグラフ中の右側（プラス側）では 100℃以下まで冷却可能であることがわかった。

冷却条件によって捻り後の冷却速度に大きな差を生じており、強冷却の条件で冷却速度が大きくなった。

結晶粒微細化は、加熱部分に付与される大きなひずみで結晶組織の分断が生じ、その後の冷却によって組織凍結することで、ひずみによる微細化を常温まで維持する事が可能となっていると考えられる。冷却の強弱によって冷却速度が変化することから、冷却速度によって得られる結晶組織に大きな差を生じることが推定できる。

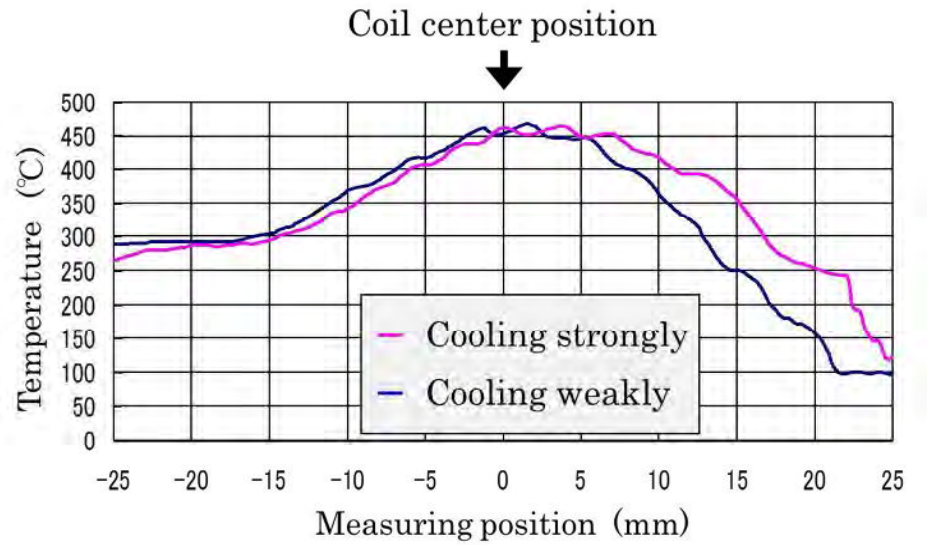


Fig.3.1.9 Temperature of CREO at 450℃

捻りを付与しない条件で熱電対および放射温度計によるデータを較正して、放射温度計の輻射率を調整することによって、熱電対で測定できない捻り変形中の温度測定を放射温度計で実施できるようにできた。

3.1.3.2　CREO 処理限界

(1)CREO 処理限界の捻り条件および温度への依存性

CREO 処理の温度を 300℃、および横移動速度を 50mm/min に一定にして、回転数のみを変動させることにより CREO-value を変化させて CREO 処理した。

CREO 処理による外観変化を Fig.3.1.10 に示した。捻り変形付与によって試験片外観に筋状の変形模様が観察される。捻り量（CREO-value）が大きくなるにつれて、変形模様のピッチは密になり、縞模様の角度は半径方向に近づきせん断変形が付与されていることがわかる。

また変形開始した境界領域は、Fig.3.1.8 および Fig.3.1.9 に示した温度分布における温度勾配が連続的であるのに対して、捻り変形は急激に生じた傾向を示した。これは加熱による変形抵抗が最高温度領域において低くなり、最高温度の位置から離れるにつれて、徐々に変形抵抗が上昇していくが、相対的に変形抵抗の低い領域に変形が集中する傾向を示したものと考えられる。したがって軟化領域の幅よりも、冷却速度の方が結晶粒微細化に影響を与える可能性が高くなる可能性が推定できる。

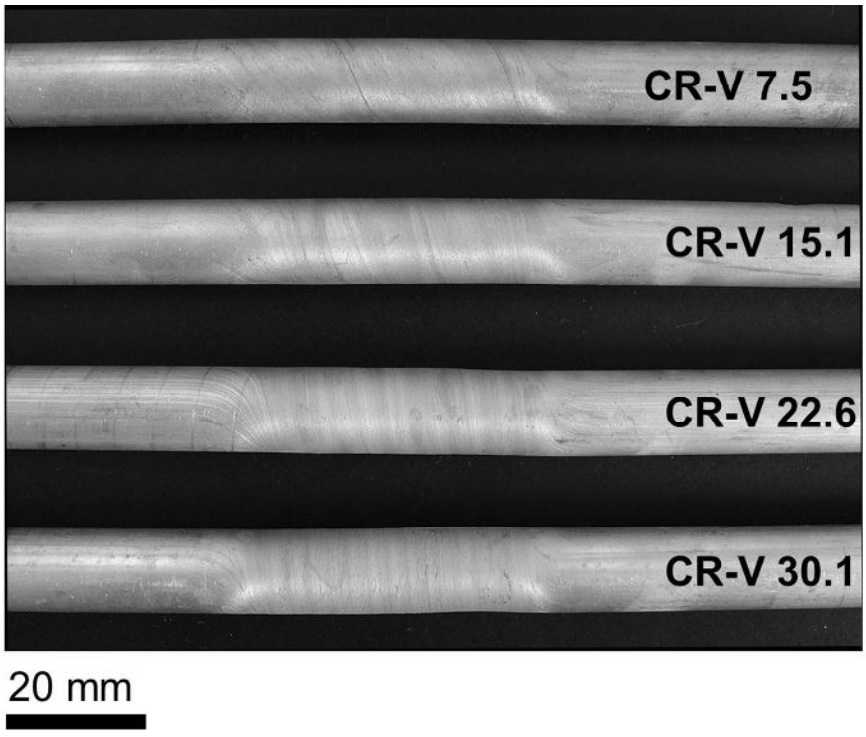


Fig.3.1.10　Outlook of each CREO-value at 300℃,50mm/min

2)　CREO 処理限界の把握

CREO 処理条件の基本パラメータである、処理温度・回転数・横移動速度を変化させて、捻り変形による破断限界を明確にし、CREO 処理可能領域を明らかにした。（Fig.3.1.11）

この結果、処理可能領域は、同一温度の場合に回転数と横移動速度に直線的に比例する事が分かった。これは加熱された変形抵抗が低下した領域が破断無く変形可能な条件で、受けることが出来るひずみ量に比例することと同義である。しかしながら横移動速度が極端に高速もしくは低速の場合には、加熱温度の軸方向分布および径方向分布が変化することが予想される。

この限界捻りひずみ量を示すためのパラメータを限界 CREO-value とした。CREO 処理温度が高くなるにつれて【回転数－横移動速度】の傾きは大きくなった。すなわち加熱温度が高くなることで供試材の延性が大きくなり、受動可能な捻りひずみ量が大きくなり限界 CREO-value が大となる。限界 CREO-Value 近傍ほど、微細化効果が大きいことが予想できる。

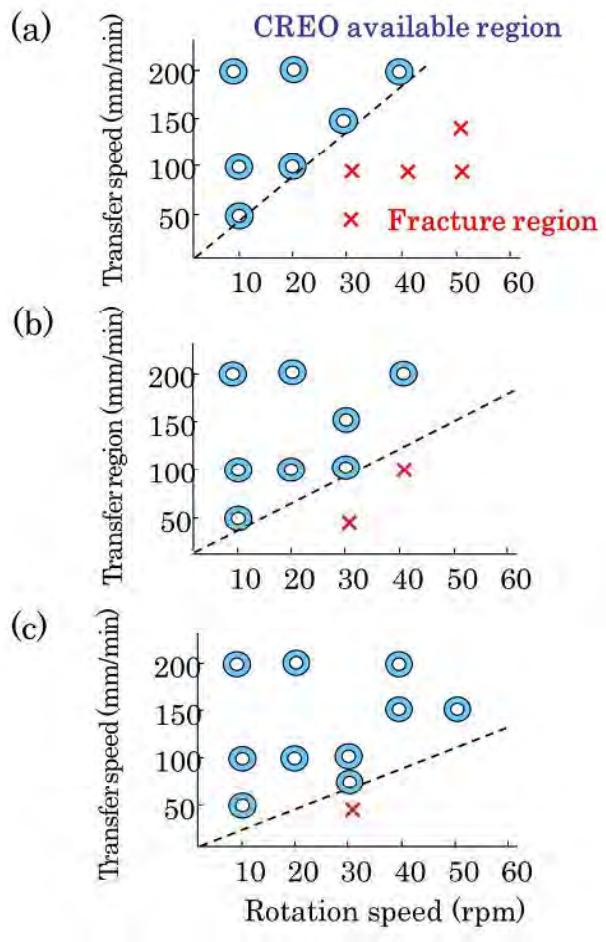
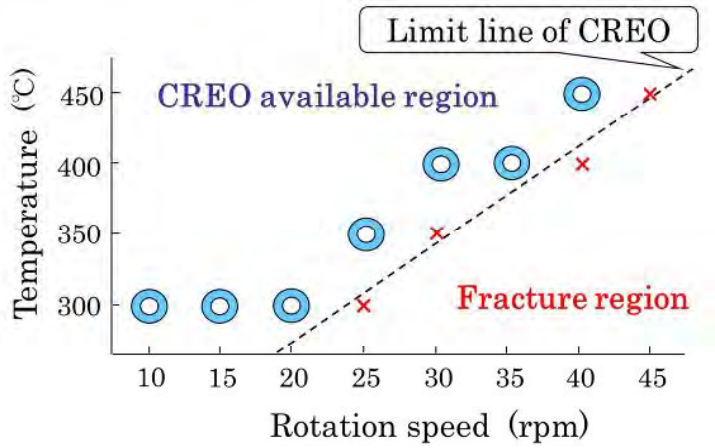


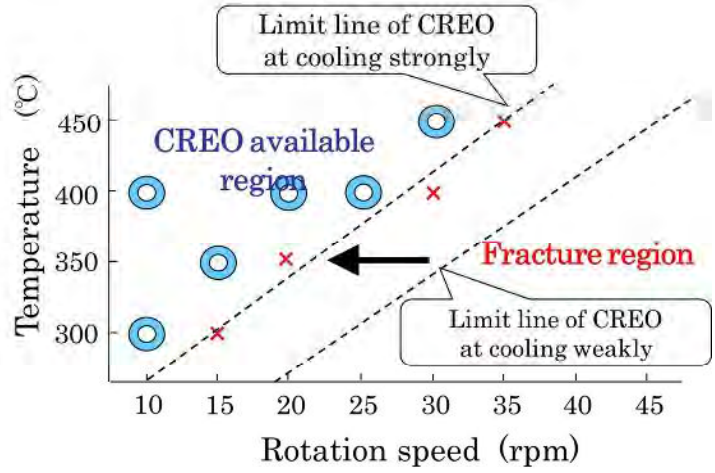
Fig.3.1.11　CREO　enable area at (a)400℃(b)450℃(c)500℃

(2) CREO 処理限界の冷却能依存性

横移動速度を一定として、温度と回転数で加工限界を整理したものを Fig.3.1.12(a)に示した。CREO 処理限界は、回転数と処理温度に比例した関係を示し、処理温度が高いほど高回転での捻りひずみを付与する事が出来た。更に Fig.2.1.17 に示した追加冷却ユニットにて冷却能を向上させた条件で同様の CREO 処理限界線図を作成した。この結果、Fig.3.1.12(b)に示したように回転数と処理温度の限界線図の傾きは変化しないが、捻り限界は平行にシフトして低下することが分かった。これは冷却能を向上させる事で延性が高い加熱軟化領域が狭くなり、同じ捻り回転数においてもひずみを受動する領域が狭くなったため、結果的に高いひずみを付与されたものと考えられる。



(a) Normal ring cooling



(b) Ring cooling with extra cooling unit

Fig.3.1.12　CREO treatment enable area　at 50mm/min

この結果から、冷却条件によって CREO-value は変化し、高い冷却能ほど

低いひずみで材料破断が発生する事が分かった。すなわち以下のことが明らかに出来た。

①冷却条件を強めると最大 CREO-Value が下がる

②加工温度を高めると最大 CREO-Value が上がる

(3)冷却条件による捻り変形の差異観察

冷却条件によって変形の位置および領域が変化することが予想された。このため供試棒材にケガキ線を入れ、CREO 処理後の変形位置を観察した。（Fig.3.1.13）

Sample	Cooling water flow	
	Entrance side	Exit side
(a)	200	700
(b)	500	500
(c)	700	200

(cc/min)

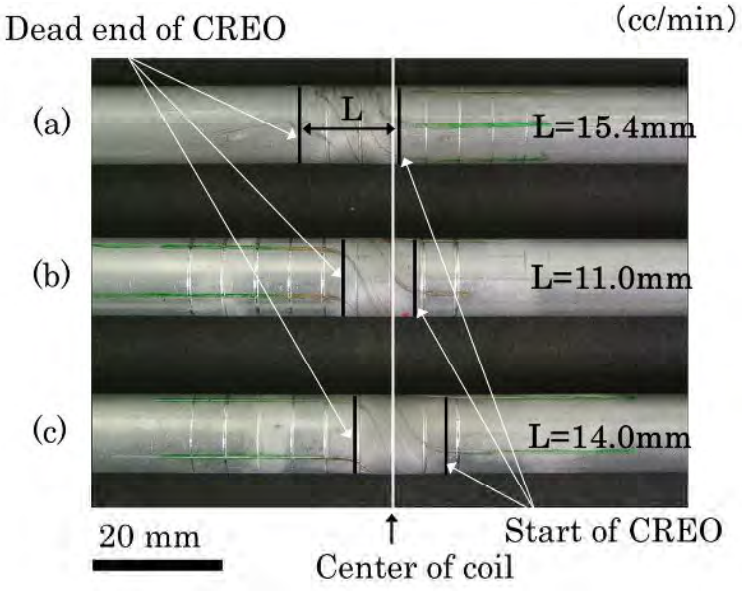


Fig.3.1.13　Deformation area transformation with cooling condition

入り口側の冷却を緩やかにした条件(a)では、加工開始位置が入口側にシフトする傾向を示した。冷却条件を(a)と正反対に設定する事により、加工開始位置は緩冷却の出口側にシフトする傾向を示した。更に入り口側と出口側の冷却条件を同一にした条件(b)では、条件(a)と(c)の中間的な開始位置を示した。

また捻り変形を受けた幅について調べた。入り口もしくは出口の一方を緩冷却とした条件(a)(c)は同等の捻り変形幅となり、入口出口を同等の冷却能力でバランスした条件(b)が、最も狭い捻り変形幅となった。これは冷却能力が低い側は、高周波で加熱された供試材が十分に冷却されず、低変形抵抗領域が広がっていることから捻り変形の幅が広くなったものと思われる。この様に冷却能力が不十分な場合には、変形を受ける領域が広がることから、結果的にひずみ量が小さくなることが分かる。最も大きな捻りひずみが付与される場所は、最高温度の部位であり高周波コイルの近傍と一致することが予想される。冷却装置に近づくほど、供試材の温度は低下傾向を示す事が予想される。特に出口側の冷却直前での冷却能力が低く、かつ小さなひずみを付与する状態になると、結晶粒微細化が十分に得られない状況となる。

この様に、CREO 処理においては、工具などで供試材を拘束して変形を与えないダイレス加工であるため、加熱により供試材が軟化した領域に捻りひずみが集中する。このため加熱領域および冷却の条件設定が重要となり、設備設計においても高周波加熱コイルの形状・巻き数・出力特性が重要であり、更に冷却装置の冷却能力・冷却範囲の制御が非常に重要となることが分かった。

3.1.3.3　結晶組織解析

(1)初期組織

供試材の組織を Fig3.1.14 に示した。平均結晶粒径は約 40μm であり、等軸の焼鈍組織を示した。また試料位置による大きな粒径分布の変化は見られなかった。

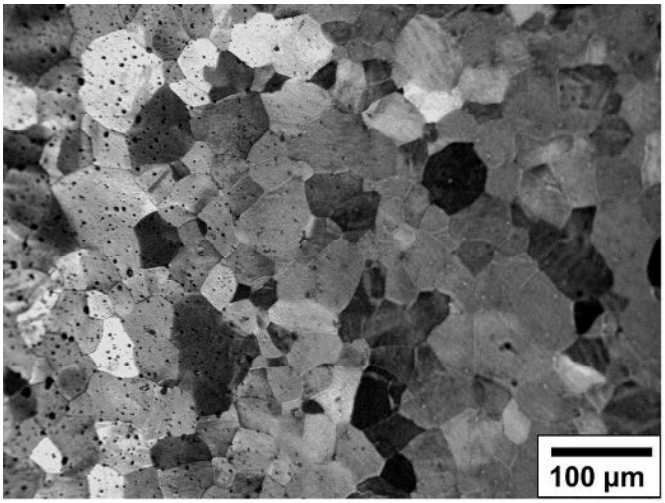


Fig.3.1.14 Initial microstructure

(2)CREO 処理によるマクロ組織変化

CREO 処理した A5056 供試材について、処理後組織を観察した。(Fig.3.1.15) 結晶組織は、未加工部から加工部に向かっていくに従って、初期組織領域が漏斗状に狭まっていき、安定領域に入ると初期組織は供試棒材の中心部のみに残留することとなった。

微細化領域において外周部の方が微細な組織となる傾向を予想したが、微細化領域での結晶粒径の内外差は光顕マクロ組織においては観察されなかった。

本処理条件においては、安定 CREO 処理領域における粗大粒領域は芯状となり、その領域関係を保ったまま加工が進んだ。また芯状に残留した初期組織も、結晶組織は斜めに延伸された組織となっており、変形していることが確認された。

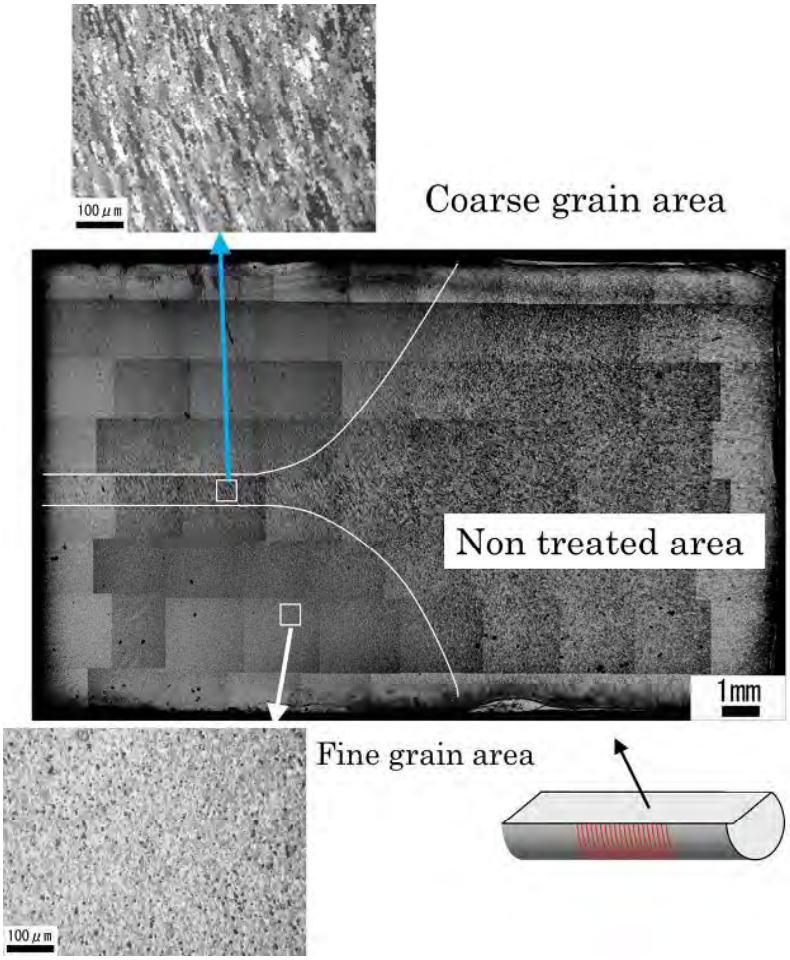


Fig.3.1.15 Microstructure distribution of cross section after CREO

微細粒領域の更なる詳細観察のため、CREO 処理材の半径方向に SEM-EBSP 観察を行い、結晶粒径分布を調査した。（Fig.3.1.16）

結晶粒径は、外周部が最も微細化されており、中心部に向けて粗大化傾向が観察された。しかし粗大化傾向は顕著ではなく、最外周部から 1/2R 部までは結晶粒径に変化は見られなかった。更に中心部方向では粗大化傾向が見られるが、その変化が非常に小さかった。中心部から約 1mm は粗大化組織となっているが、それでも Fig.3.1.15 の光学顕微鏡組織観察結果でも分かるように、組織の変化が観察されている。また Fig.3.1.14 に示した CREO 処理前の供試材の結晶粒径が 50～100μm であることに対して、CREO 処理後においては約 10μm まで微細化されており、この結晶粒径は現状の工業的手法での最小の結晶粒径レベルであった。

中心部においては、大傾角粒界による明確な境界観察が減少し、小傾角粒界もしくは転位と思われる分解困難な境界が観察された。

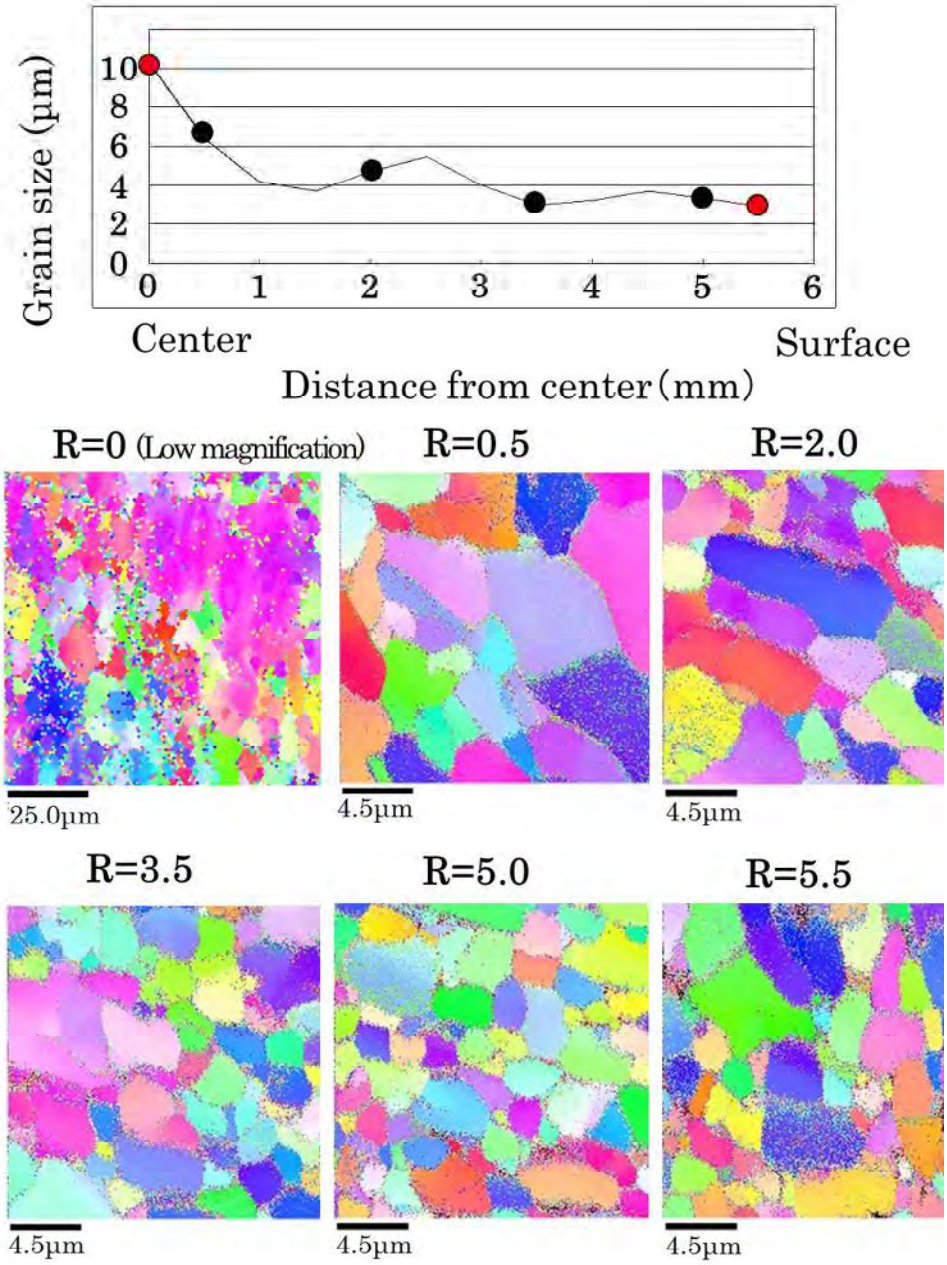


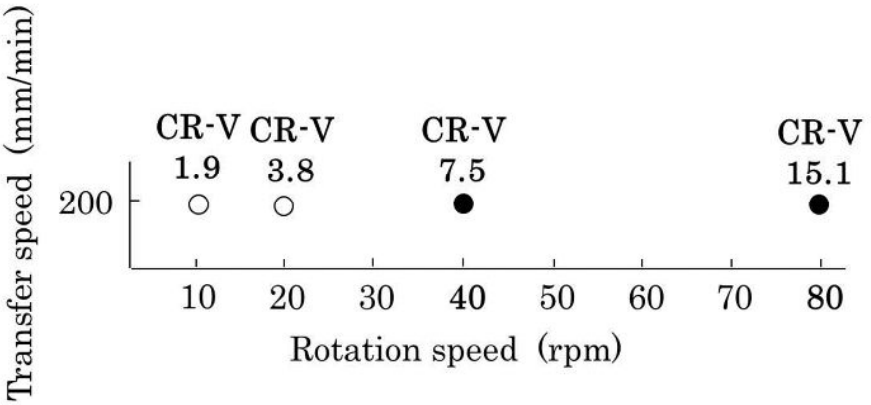
Fig.3.1.16　Grain size distribution by SEM-EBSP

(3)CREO-value による組織変化

半径方向の結晶粒径分布と CREO-value との関係を調査した。固定条件として、設定温度・横移動速度・冷却条件は同一とし、回転数を 10rpm～80rpm の範囲で CREO-value を変化させて、ひずみ量を変化させた。(Table 3.1.4) 結晶組織は、半径方向の全範囲を観察するために光学顕微鏡を用いた。

Table3.1.4 Condition of CREO

No	Temperature (℃)	Rotation (rpm)	Transvers speed (mm/min)	Cooling condition	CREO-Value
(a)	300	10	200	Strong	0.05
(b)	300	20	200	Strong	0.1
(c)	300	40	200	Strong	0.2
(d)	300	80	200	Strong	0.4



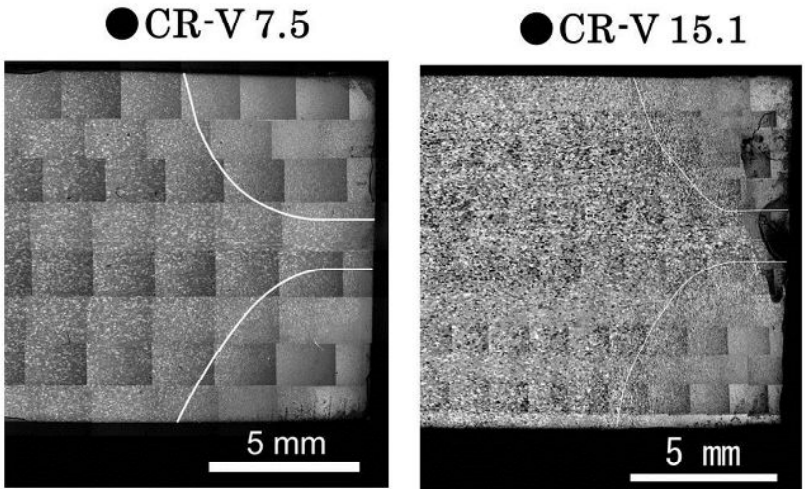


Fig.3.1.17 Relationship between grain distribution and CREO-value at 300℃ and CR-V=0.05,0.1 with extra cooling system

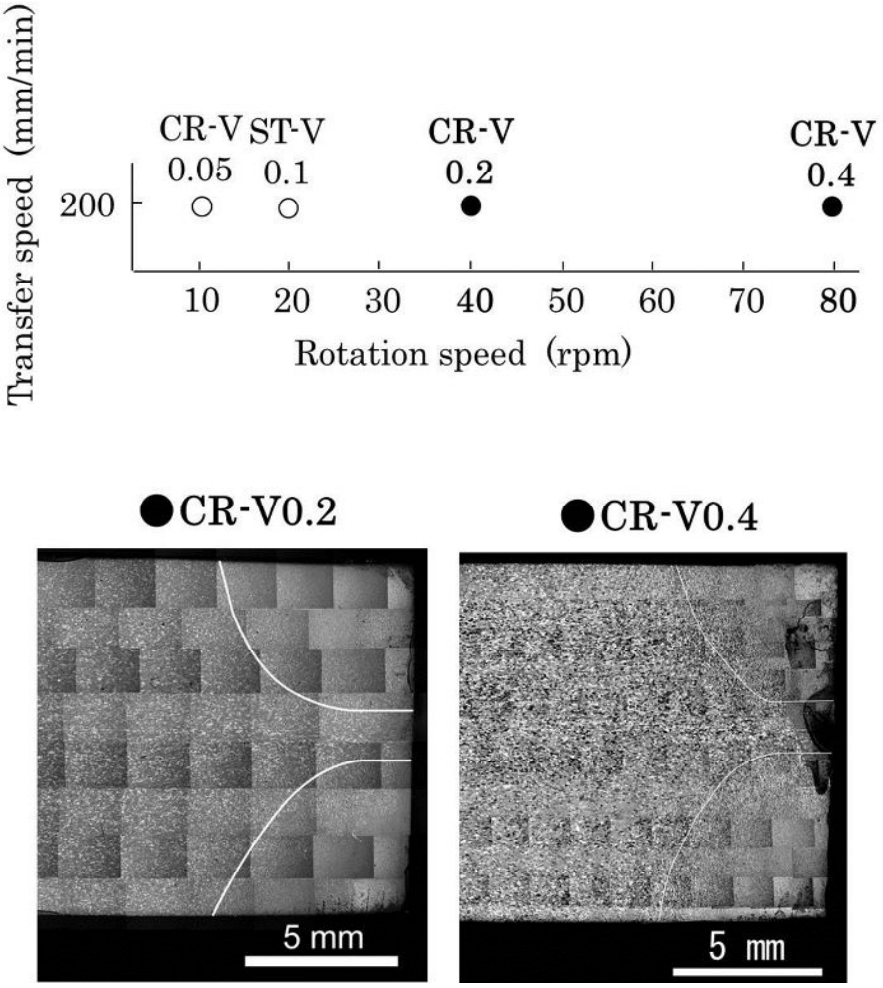


Fig.3.1.18　Relationship between grain distribution and CREO-value at 300℃ and CR-V=0.2,0.4 with extra cooling system

結晶組織観察結果を Fig.3.1.17 および Fig.3.1.18 に示した。光学顕微鏡の範囲ではあるが、CREO-Value が大きいほど中心部の粗大粒残存領域が縮小していく傾向を示した。CREO-value=0.2 以上では、中心残留部の直径は約 1.7mm で一定となった。これは棒材の捻り回転なので試料中心に近くなるにしたがい、周方向のせん断ひずみが小さくなり、微細化に必要なひずみ量を得ることが出来なくなったものと考えられる。

Fig.3.1.16 の結果と併せて、中心部の粗大粒残留領域を小さくするために捻りひずみ量が大きいほど効果が大きいが、一定以上のひずみを付与した場合の粒径は同等であり、大きなひずみの付与により更なる結晶粒微細化する効果は期待できないことが分かった。

棒材に捻りひずみを付与するに際して、中心部は基本的にひずみ＝0 となり微細化効果は得られないと予測していた。しかし実際には、中心部近傍の部位からのひずみ伝播によって組織の延伸および微細化が進行していることが分

かった。

以上の結果より、中心部近傍の結晶粒微細化および中心部の素材粒領域を減少させるために捻りひずみ量を大きくすることが効果的であることが推定できるが、周辺部のひずみ伝播（引きずり）によって、中心部も一定レベルの延伸および微細化効果は得られる事が分かった。

(4) 弱冷却における CREO 処理温度と結晶粒微細化効果の関係

CREO 処理温度による結晶組織変化について調べた。追加冷却ユニットを作動させない“弱冷却”の条件で、300℃と 450℃の 2 水準にて CREO 処理を実施した。観察には SEM-EBSP を用いて、Fig 3.1.5 で示した X 面について観察した。

条件(1)　設定 300℃-回転数 20rpm-送り速度 50mm/min（CREO-Value0.4）
条件(2)　設定 450℃-回転数 40rpm-送り速度 50mm/min（CREO-Value0.8）

観察結果を Fig.3.1.19 に示した。両条件の組織を比べると、条件(1)が結晶粒径 5.5μm、条件(2)が結晶粒径 8.9μm と微細化されていた。

結晶組織は高温（450℃）で CREO-value が大きな条件(2)に比較して、条件(1)の低温である 300℃での CREO 処理の方が CREO-Value が小さいにも係わらず微細化されていた。すなわちひずみ量よりも微細化には温度の影響が大きい事が分かった。これは加熱温度が高い場合には、最高温度付近で捻り変形ひずみが最大となり、冷却されるにともない、最高温度部に対して相対的に変形抵抗が上昇することから、捻り変形無しに一定以上の加熱状態になる。この余熱とも言える加熱状態の熱エネルギーによって、捻りによって微細化した結晶組織が粗大化したものと思われる。

300℃での低温 CREO 処理においては、最高温度そのものが捻り変形付与可能な最低限の温度に設定されているため、最高温度から少しでも温度低下すると結晶粒を粗大化させないレベルの温度以下に達してしまうのではないかと予想される。すなわち捻り変形により結晶組織が微細化された直後に、結晶粒粗大化温度以下まで冷却されることで微細化組織が維持されるものと思われる。

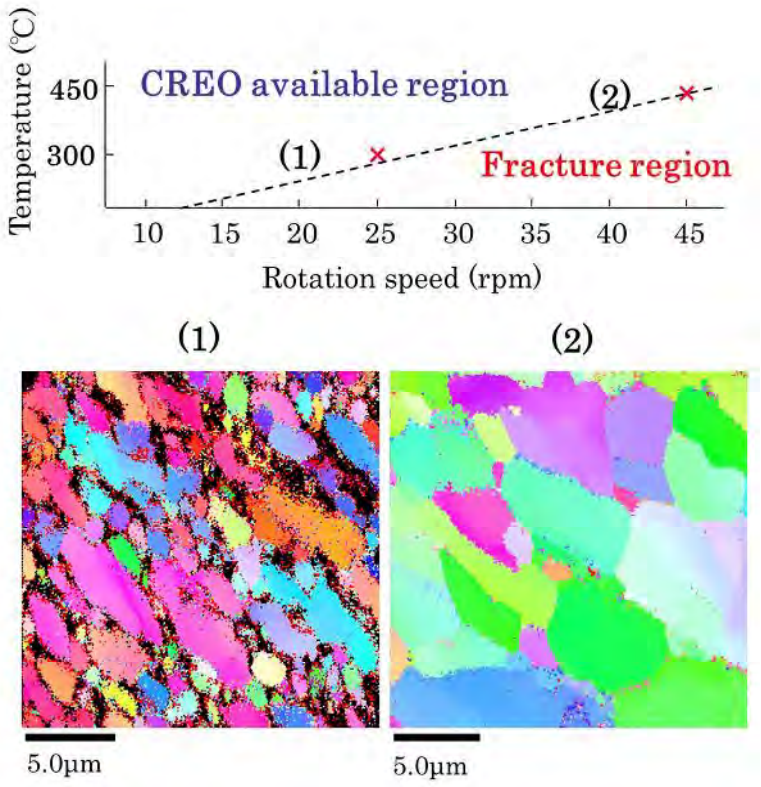


Fig.3.1.19　Relationship between microstructure and CREO temperature at transvers speed 50mm/min

(5)強冷却における CREO 処理温度と結晶粒微細化効果の関係

冷却能力が CREO 処理によって付与される捻り変形の位置および幅が変化することは 3.1.3.2　(3)にて述べた。 この冷却能力の差によって結晶組織に変化を生じることが予想される事から、CREO 処理温度は(4)項に同じく 300℃と 450℃とし、冷却能力のみを強化した条件にて冷却能の影響を調べた。

CREO 処理の条件は、以下に示す条件(3)(4)であり、処理後の結晶組織観察には SEM-EBSP を用いて、Fig 3.1.5 で示した X 面について観察した。

条件(3)　設定 300℃-回転数 10rpm-送り速度 50mm/min(ST-Value0.2)
条件(4)　設定 450℃-回転数 30rpm-送り速度 50mm/min(ST-Value0.6)

観察結果を Fig.3.1.20 に示した。両条件の組織を比べると、条件(3)が結晶粒径 0.9μm、条件(2)が結晶粒径 5.2μm と微細化されていた。弱冷却と比較するとい、冷却能力のアップによって大幅に微細化が促進されたことが分かる。

また強冷却条件においても弱冷却と同様に CREO-Value が小さいにも拘わらず条件(3)の方が結晶組織は微細化された。この事から,冷却能力を強めた強冷却条件においても、微細化に寄与する要因としては、CREO 処理温度の寄与率が高いことが分かった。

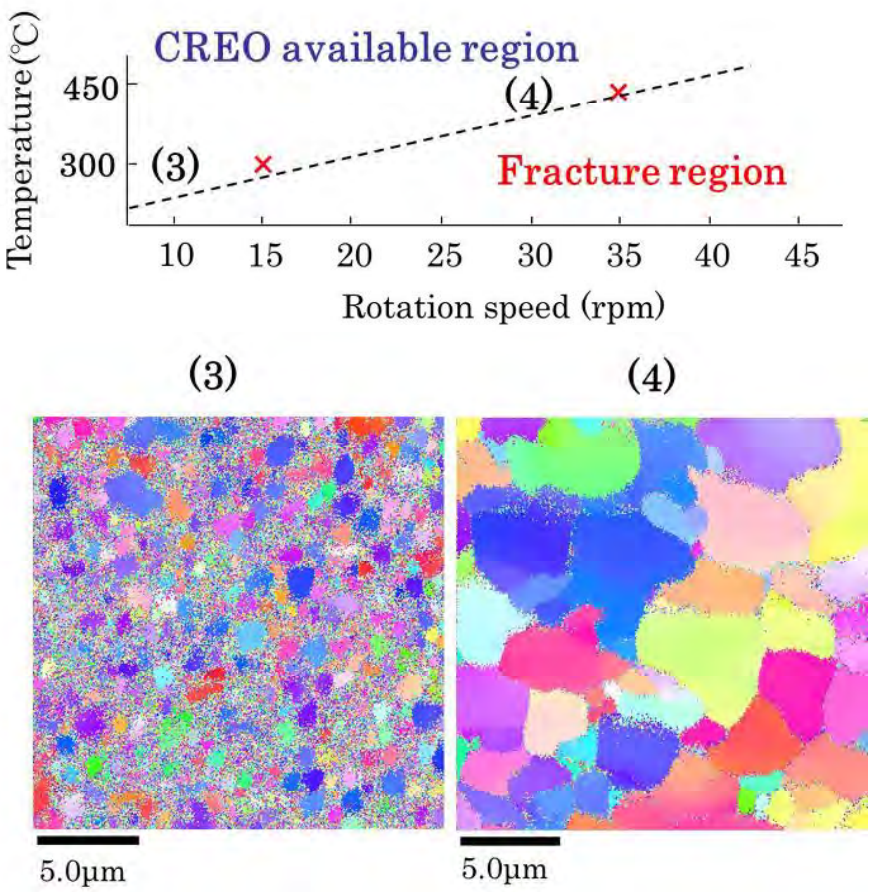


Fig.3.1.20　Relationship between microstructure and cooling ability with extra cooling unit at transvers speed 50mm/min

微細化条件として有効な低温である 300℃での CREO 処理において、弱冷却の条件(1)と強冷却の条件(3)の結晶組織を比較した。(Fig.3.1.21) この結果、強冷却の条件(3)の結晶粒径が約 0.9μm に対して、緩冷却である条件(1)では約 5.5μm と顕著な差が見られた。

CREO 処理の最高温度領域で、最大の捻りひずみが付与されて結晶組織が微細化されるまでは両条件共に等しいが、処理後の冷却能力に違いにより、短時間で“粗大化温度”以下まで冷却されたか否かによって結晶組織の差が発生したものと思われる。

以上のことをまとめると、次のようになる。

①捻らなければ微細化しない

②CREO 処理温度は低い方が微細化する。

③冷却能力が高いほど微細化する。

また CREO 処理における微細化への寄与率は、ほぼ【CREO 処理温度】＞【冷却能力】＞【CREO-value（捻りひずみ量)】の順であると考える、

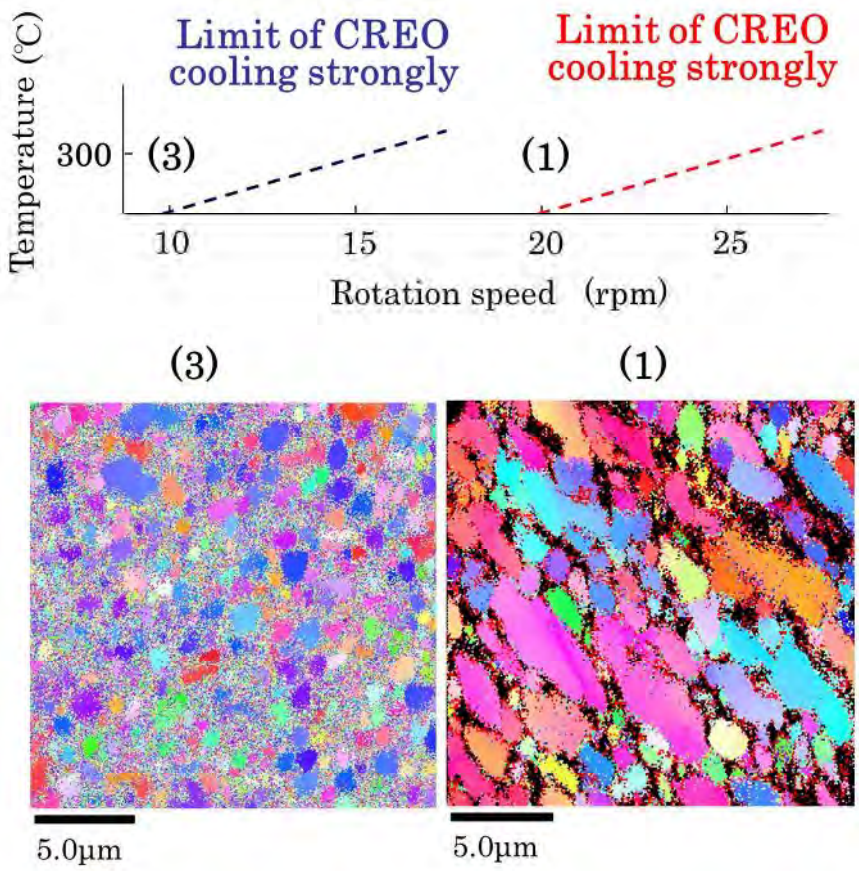


Fig.3.1.21　Relationship between microstructure and cooling ability at 300℃ , transvers speed 50mm/min

(5)複数回加工による組織の違い

これまでの CREO 処理で、低温（300℃）および強冷却において結晶粒は最も微細化されることが分かった。この微細化条件を基準として、更なる微細化を進めるため、複数回の CREO 処理を試みた。複数回の逆方のひずみ付与については ECAP 処理等で多く報告されてきており、微細化効果が確認されている。また第 3 章第 1 節にて記載したマグネシウム合金の CREO 処理においても効果が確認できている。

本研究では Table 3.1.4 で示した条件にて 2 回および 3 回の CREO 処理を行った。これらの 1μm 以下での結晶組織比較には、今回使用した SEM-EBSP では分解能が不足することから、TEM にて観察した。

まず 1 回 CREO 処理において最も微細な組織が得られた条件(3)について TEM にて結晶組織を観察した。

条件(3)は SEM-EBSP では観察困難なために電子顕微鏡を用いて観察した結果を Fig.3.1.22 に示す。回折図形はリング状になっており、SEM-EBSP 同様に様々な結晶方位が存在した。また粒内には強ひずみ加工に特有な複数の転位が確認されていたが、粒界そのものは等軸に近いものが多く見られ、捻り変形後の熱で再結晶していることが分かる。

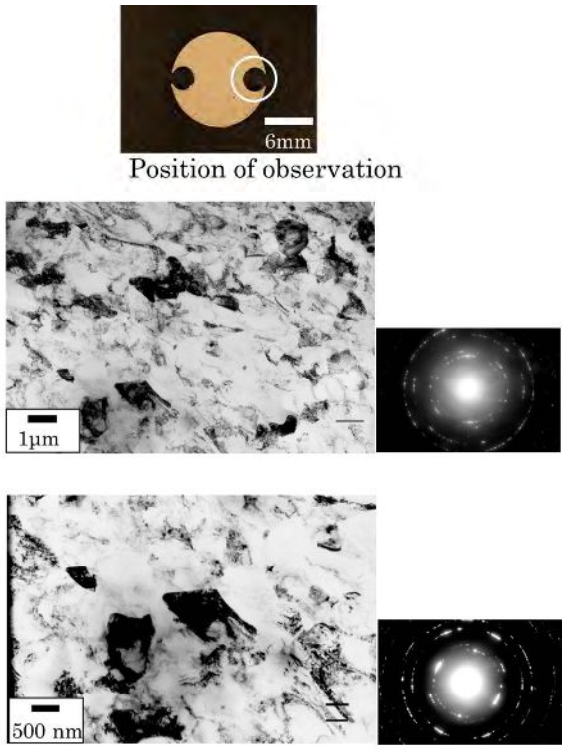


Fig.3.1.22　TEM observation result with 1 pass CREO at 300 ℃,10rpm,50mm/min

複数回での CREO 処理加工は 4 パスで破断し、3 パスでは試料表面に多数のクラックが観察された。2 パスでは試料表面に複数の線が入るがクラックは観察されなかった。試料外周部の組織を電子顕微鏡で観察を行ったものを Fig.3.1.23 に示す。1 パスの結晶粒径が約 0.91μm に対して、2 パスが結晶粒径 0.86μm、3 パスが結晶粒径 0.72μm と、CREO 処理回数を増やす事で微細化は進むものの、その程度は小さなものであった。

これは供試材であるアルミニウム合金が FCC であり、多くのすべり面を有することが原因ではないかと考えられる。すなわち方向を変えてひずみを付与しても、多くの容易すべり面の存在から、粒界滑りが発生して粒内への転位の導入および粒界の形成に至らなかったのではないかと考える。マグネシウム合金の場合には、HCP 構造であるため、すべり面が限られることから、粒内へのひずみ導入が容易となり、強ひずみによる微細化効果が顕著に現れたものと考える。

更に ECAP 処理等に比較して効果が小さかったのは、ECAP が金型内で素材を拘束した状態で、静水圧に近い状態で強ひずみを繰り返し付与できる点が CREO 処理と大きく異なったものと思われる。CREO 処理ではひずみが付与される部位は、加熱軟化により形成された低変形抵抗領域もしくは粒界滑りにより形成された低変形抵抗領域を選択してひずみが集中する点に大きな相違があると考えた。

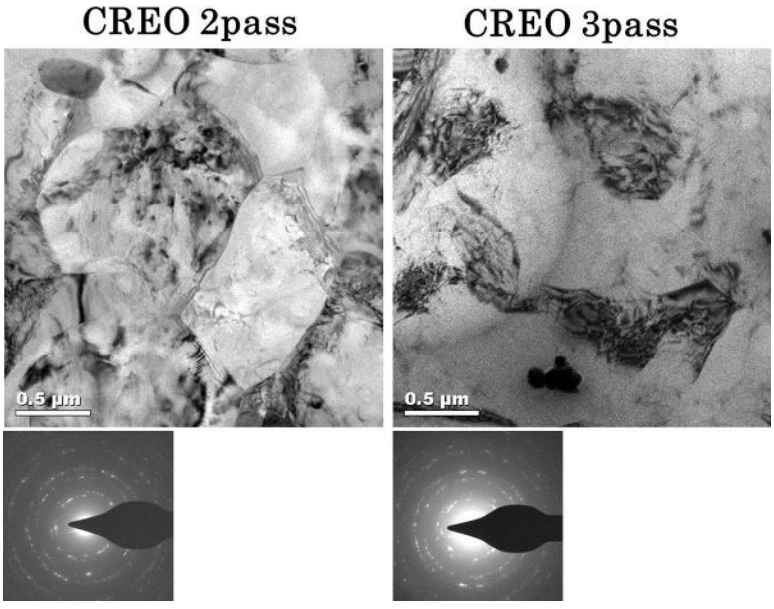


Fig.3.1.23　TEM microstructures comparing between 2 pass and 3 pass at 300 ℃,10rpm,50mm/min

3.1.3.4　引張試験

引張試験の比較材として、入手材を 400℃×1Hr 焼鈍した焼鈍材、受領材（H34 引抜材）と CREO 処理材【条件(1)～(4)】について室温での引張試験を実施した。結果を Fig.3.1.24 に示す。

全ての応力－ひずみ曲線で降伏後にセレーションが確認され、動的ひずみ時効が起こっていると考えられる[11]。CREO 処理温度 300℃では、耐力・最大応力が大きくなり、伸びが小さくなった。CREO 処理温度 450℃では、耐力・最大応力は低くなり、伸びが大きくなった。

特に、CREO 処理温度 300℃、追加冷却ユニットで強冷却した条件(3)において、耐力・最大応力が最大を示した。最大応力は、比較対象となる焼鈍材と比較して、約 27%向上した。[12]

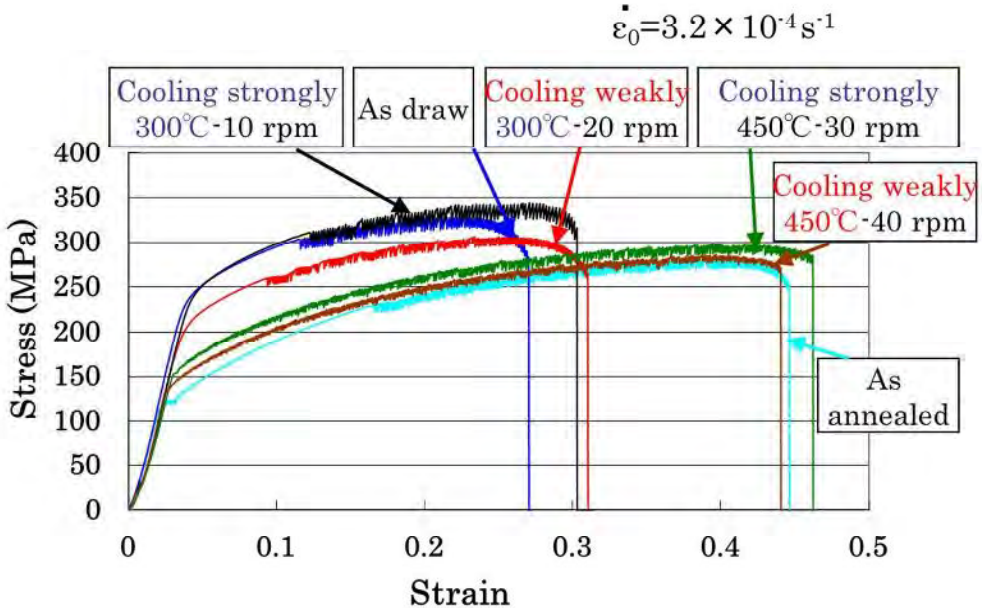


Fig.3.1.24　Result of tensile test

3.1.4 結　言

1) CREO 処理限界は CREO-value で示す事が可能である。

2) 処理温度が低いほど、付与可能な捻りひずみ量は低くなり、限界 CREO-value が小さくなる。

3) 冷却能力が高くするほど、付与可能な捻りひずみ量は低くなり、限界 CREO-value が小さくなる。

4) CREO 処理後の結晶は、Zener-Hollomon パラメータに従い、CREO 処理温度が低いほど結晶粒径は微細化する。

5) 冷却能力を向上させるほど、結晶粒径は微細化された。

6) 今回試験範囲で、最も低い CREO 処理温度 300℃と強冷却の組合せにより最も微細な平均結晶粒径 0.9μm の試料が得られた。

7) CREO 処理温度 300℃と強冷却の組合せにより得られた結晶粒径 0.9μm の試料は、耐力と最大応力が最も高くなった。

8) CREO 処理棒材中心部に残留する粗大粒領域は、捻りひずみ量が大きい程、すなわち CREO-Value が大きくなるほど、粗大領域が減少する。

9) 中心部に残留する粗大領域の大きさは、今回の CREO 処理条件範囲で CREO-value を大きくしても一定以下に縮減出来ないことが分かった。

【参考文献】

1) 中村　克昭、根石　浩司、金子　賢治、堀田　善治、中垣　道彦
“恒温鍛造用金属素材の連続結晶粒微細化プロセス”STSP“ ”
アルトピア 2003 12

2) Katsuaki Nakamura,Koji Neishi,Kenji Kaneko, Michihiko Nakagaki and Zenji Horita
“Development of Severe Torsion Straining Process for Rapid Continuous Grain Refinement”
Materials Transactions,45(2004)3338

3) 東野　昭彦、宮原　勇一、根石　浩司、中村　克昭、金子　賢治、中垣　道彦、堀田　善治
“強ひずみ拘束連続加工プロセス”STSP“による Al-Mg 合金の微細粒解析と機械的性質の改善”
第 55 回塑性加工連合講演会 (2004) p 395-396

4) Katsuaki Nakamura , Koji Neishi , Kenji Kaneko , Michihiko Nakagaki and Zenji Horita
“Continuous Grain Refinement Using Severe Torsion Straining Process”
Materials science Forum Vols.503-504(January 2006) pp385-390

5) Koji Neishi , Akihiko Higashino , Yuichi Miyahara , Katsuaki Nakamura , Kenji Kaneko , Michihiko Nakagaki and Zenji Horita
“Grain Refinement of Commercial Al-Mg alloy Using Severe Torsion Straining Process”
Materials science Forum Vols.503-504(January 2006) pp955-960

6) 軽金属協会　アルミニウムハンドブック

7) 堀田善治、古川　稔、Terence G. Langdon、根本　實
“新しい組織制御法としての ECAP”
まてりあ　第 37 巻　第 9 号(1998)

8) Zenji HORITA , Takayoshi FUJINAMI , Minoru NEMOTO and Terence G. LANGDON
Proceedings of ICAA-6 (1998) Aluminumu alloys Vol1 P449-454

9)　森永　正彦、古原　忠、戸田　祐之
“金属材料の加工と組織（共立出版）”p 183

3.2　HCP(マグネシウム)合金への適用

3.2.1　緒　言

3.2.1.1　マグネシウム合金の特徴

稠密六方格子（HCP）構造を有する代表的な合金であるマグネシウム合金は軽量、高比強度、高比剛性、振動吸収性、電磁波遮蔽性など優れた特性を有することから近年、自動車や電子機器製品等への利用が急増している。[1)~4)]

マグネシウム合金の優れた特性を以下に列挙する。

①軽量　(実用金属中最軽量)

②高比強度　(実用金属中最大)

③高比剛性　(樹脂系材料との比較)

④比熱が小さい、優れた放熱特性　(178 J/cm^3・K)

⑤耐くぼみ性　(加工硬化率が高い)

⑥高振動吸収性

一方で、大きな課題として以下が挙げられる。

①HCP 構造であることから塑性加工性が低く、300℃以上での加熱成形が必要で、熱容量が小さいことから金型加熱が必要である。

②高比強度ではあるが、CFRP 等の台頭で更なる強度向上が必要。

③複雑形状・高精度部品の製造技術が未発達である。

④連続鋳造法が確立されておらず、地金価格に対して棒材価格が非常に高い。

⑤耐食性が低く、表面処理が不可欠である。

⑥引火性が高く、特に粉末状態では爆発的は燃焼を示す。

以上の中で重要な課題として挙げられる塑性加工性の低さは、マグネシウム合金の結晶構造である稠密六方格子（HCP=Hexagonal closed packed lattice）構造に起因している。（Fig.3.2.1[5)]）

すべり系には、底面すべり系(0001)<11$\bar{2}$0>、柱面すべり系{10$\bar{1}$0}<11$\bar{2}$0>、一次錘面すべり系{10$\bar{1}$1}<11$\bar{2}$0>および二次錐面すべり系{$\bar{1}$$\bar{1}$22}<11$\bar{2}$3>がある。底面すべり系は室温でも活動するが、非底面すべり系は 300 ℃以上の高温にならないと活動しにくいため、冷間での塑性加工性が劣っている。[6)]

このためマグネシウム合金の塑性加工は加熱成形が使用され、成形温度は 330℃以上の高い温度が必要であり、かつマグネシウムが軽量で熱容量が小さいことから型によって

冷却されやすく、金型も加熱する恒温塑性加工が必要である。

このため、金型加熱方法の開発および素材と金型両方を加熱するに必要なエネルギーの低減、恒温環境で使用可能な潤滑材開発等の課題を有している。この課題を,個々の要素技術で解決する方向性と、加工温度を低温化することで解決する、2 種の方向性を有すると考える。

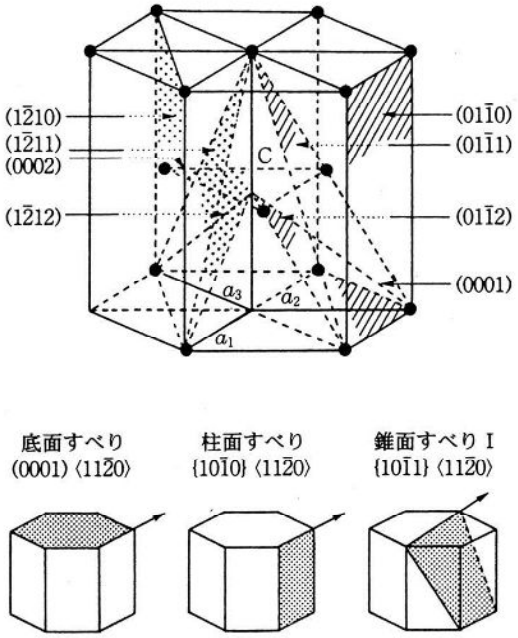


Fig.3.2.1　Structure of HCP

マグネシウム合金は、軽量性を活用して自動車・電子機器・光学機器等の用途で多くの部品に適用されてきている。

自動車用では、ほぼ全量がダイカストで製造されており、ステアリング支持部やインパネ周りに使用されている。また海外メーカではエンジン本体の一部に適用されている。一方、電子機器等ではパソコン本体、光学機器では高級一眼レフカメラ本体等に使用されているが製法はダイカストが中心である。

塑性加工による部品は極めて限定的であるものの、パソコンの上天板およびモバイル機器で板鍛造法であるプレスフォージング [11]により塑性加工が適用されている。また光学機器においては、高級レンズのフード等に鍛造品が使用されている。

このように軽量化の要請からマグネシウムの用途は拡大しているものの、塑性加工に

よる部品製造は拡大できていない。この理由として、以下に示す点が実用化への大きいと考えられる。

①330℃以上での加熱成形が必要で、金型加熱が必要である。

②CFRP 等の台頭で更なる強度向上が必要。

③複雑形状・高精度部品の製造技術が未発達である。

④連続鋳造法が確立されておらず、地金価格に対して棒材価格が非常に高い。

3.2.1.2　本研究の目的

マグネシウム合金の塑性加工性および機械的特性を向上させる方法として、結晶粒微細化が提案されてきている。マグネシウム合金の結晶粒微細化する方法としては、強ひずみ加工法として ECAP(Equal Channel Angular Pressing)[12)～14)]や HPT(High Pressure Torsion)[15)16)] ARB(Accumulative Roll Bonding)[17)]などのプロセスについて多くの研究が行われてきており、塑性加工における加工温度低下および延性向上等の成形性向上が確認されている。一方で、微細化による高強度化についても多くの研究がなされてきており、高強度化が確認されている。

従来の SPD 法における課題であった連続性および大型化を実現した CREO 処理（旧名 STSP) [(14)] は、捻り変形の回転数を制御することで、異方性制御することによる機械的特性制御が期待できる。

CREO 処理されたマグネシウム合金は、マグネシウム合金で一般的な素材製法である押出加工において、(0001)面が押出方向に平行に配向することによって強い集合性を示す。[18)～22)] CREO 処理の捻り変形付与による集合組織を積極的に制御して変更することで、塑性加工性および機械的特性の向上をはかることは非常に重要であり、塑性加工用としてマグネシウム合金の適用拡大への寄与が期待できる。

そこでマグネシウム合金の CREO 処理に関して、以下の点について研究を行った。

(a) マグネシウム合金への CREO 処理適用による、CREO 処理条件と結晶組織の関連を明確にする。

(b)CREO 処理により形成される集合組織について、CREO 処理条件と結晶方位の関係を明らかにする。

(C)CREO 処理による結晶粒微細化および結晶方位制御による、圧縮塑性加工性の改良について明確にする。

3.2.2　実験方法

3.2.2.1　供試材

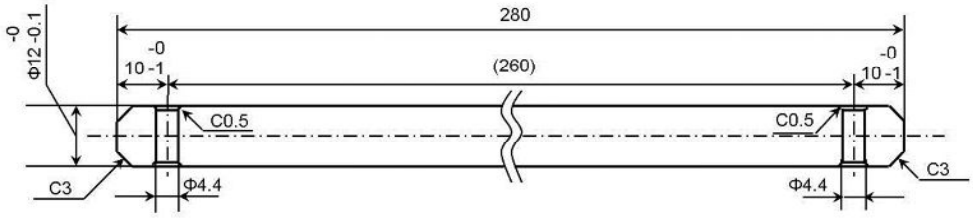
本研究では、汎用マグネシウム合金として、Mg-Al-Zn 系合金の JIS-AZ61 押出材を用いた。本研究で使用した JIS-AZ61 押出材の成分組成表を Table 3.2.1 に示した。

Table 3.2.1 Chemical composition of AZ61

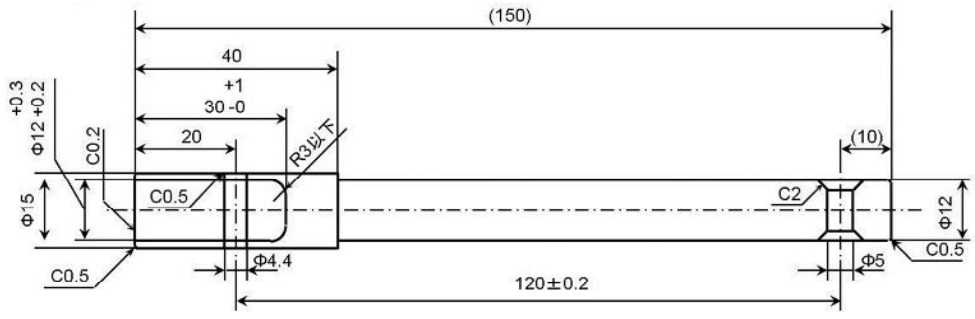
	Al	Zn	Mn	Ni	Cu	Fe	Si	Mg
AZ61	6.40	0.74	0.35	0.0012	0.001	0.001	0.015	Bal

3.2.2.2　試験片形状

本研究で使用した装置で CREO 処理可能な試料寸法は、試料直径Φ12 mm 試料長さ 500 mm であるが、マグネシウム棒材入手性の低さから、入手できた押出材は外径Φ15 mm であった。長尺の切削が困難であった。このため Fig.3.2.2 に示す、試験片形状と試料取付用のジグ(SUS304)形状とした。各試料は長さ 280 mm×Φ12 mm に切削後、試料の両端部に直径 4.4 mm の穴を開け、ジグに M4 ステンレスネジで試料を固定した。



(a)　Test specimen



(b)　Holding tool

Fig.3.2.2　Dimension of test specimen and holding tool

3.2.2.3　CREO 処理

3.2.2.3.1　CREO 処理設備

使用した CREO 処理装置は、3.1.2.2.2 にて示した装置と同一であり、処理径Φ12mm 処理長さ 50mm の試験装置を用いた。

3.2.2.3.2　CREO 処理中の温度測定

CREO 処理中の温度測定は、捻り変形が付与されていることから、熱電対を使用する事が出来ないため、放射温度計を使用した。放射温度計は輻射率によって測定値に大きな差を生じる。このため、捻り変形を付与しない条件で加熱および横移動を行い、埋め込んだ K 熱電対の測定温度と放射温度計の測定温度を比較した。

熱電対の設置は、Fig.3.2.3 に示すように、試料に深さ 6 mm(測定位置 r = 0)、11 mm(同 r = 5)にΦ12 をドリル加工し、クロメル-アルメルをアーク溶接して作製した K 熱電対を挿入した。熱電対を挿入した棒材を CREO 処理装置にセットし、捻り変形を加えずに加熱および横移動させた状態での温度変化を測定した。

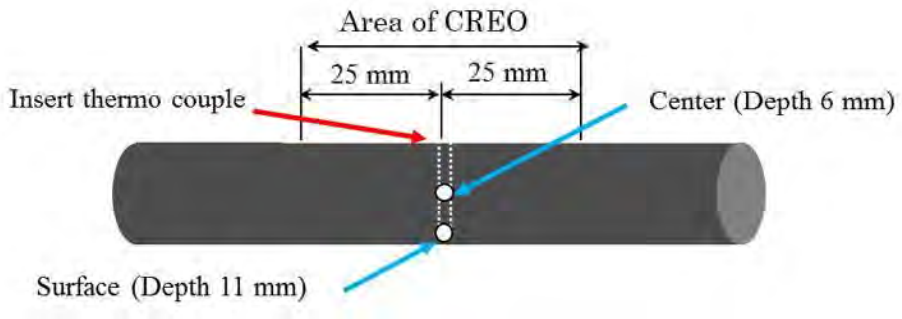


Fig.3.2.3　Position of thermo couple

熱電対の温度を基準とし、放射温度計の輻射率を調整し、両方の温度が同一になるようにした。温度較正の基準位置は、コイルの中心位置における試料中心付近とした。

なお放射温度計と熱電対の相対位置は、棒材の横移動によって異なる。このため放射温度計は最高温度を示す位置に設置し、熱電対温度はピーク温度を用いることによって、放射温度計の較正を行った。（Fig.3.2.4）

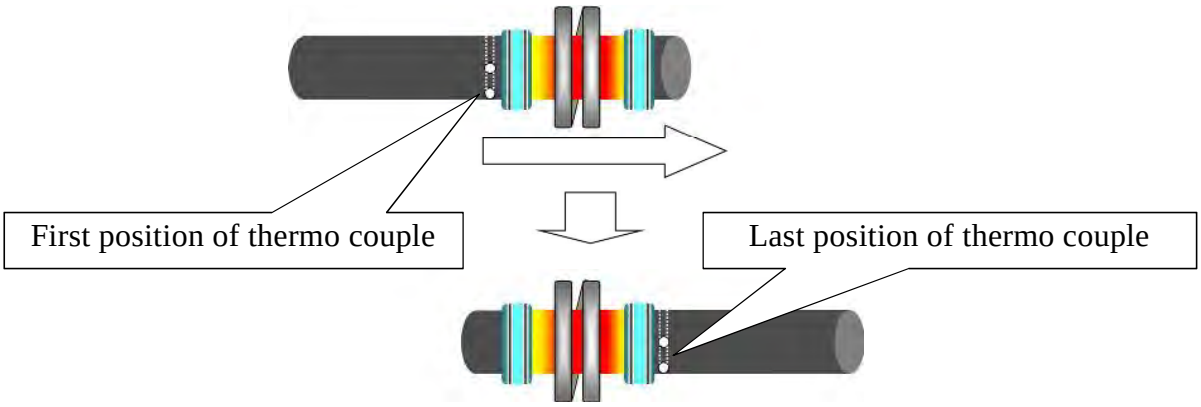


Fig.3.2.4　Relative position between thermo couple and radiation thermometer

3.2.2.3.3　CREO 処理条件

1)CREO 処理における破断限界の把握

CREO 処理温度と捻り回転数、横移動速度をパラメータとして、破断しない加工限界条件を調べた。基本的に、破断は最外周のせん断ひずみで発生することが予想され、低温・高回転・低横移動速度・大外径ほど破断しやすくなる傾向を示す。

本研究では外径および冷却の強さは強冷却で一定とし、処理温度・回転数・横移動速度をパラメータとして CREO 処理限界を調査した。条件を Table3.2.2 に示した。

横移動速度を一定としたことにより、回転数の増減によってひずみ量が変化する。また冷却能の差によって加熱幅が変化するものと予測し、加熱幅が狭くなるとひずみを付与される幅が狭くなることから、ひずみが集中して破断しやすくなる傾向を予測して冷却条件を設定した。

Table 3.2.2　Condition of CREO

Diameter of rod	Φ12mm
Temperature（℃）	300、350、400
Rotation speed（rpm）	10、15、20
Transverse velocity（mm/min）	75～200
Cooling	With or without

2)CREO 処理の複数回処理

結晶粒微細化法である ECAP 法において、複数回処理する事で更なる結晶粒微細化効果を示す事が報告されている。これはひずみ付与の方向を交互にすることで、多くの部位に転位を導入することで、微細化を促進する目的で行われる。特に HCP 構造であるマ

グネシウム合金においては、処理中の滑り面が底面中心となるため、異なった方向での複数回 CREO 処理の効果が期待できる。また微細化効果を最大化するために、交互の方向に対して複数回処理を行った。（Fig.3.2.5）

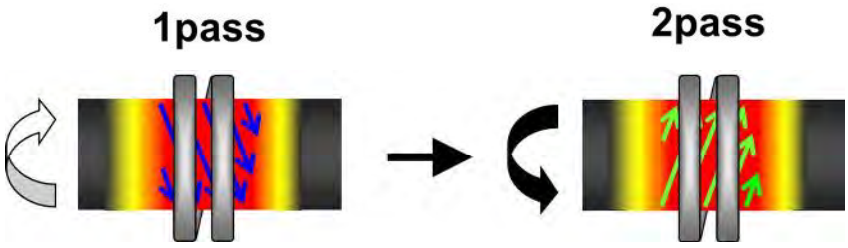


Fig.3.2.5　Image of multiple CREO treatment

複数回処理においては、横移動速度と回転数を一定とし、温度と方向のみをパラメータとした。回転数は、低温側の 300℃における処理可能回転数とした。(Table3.2.3）

Table 3.2.3　Multiple treatment of CREO

Diameter of rod	Φ12
Temperature（℃）	300、350
Rotation speed（rpm）	10
Transvers speed（mm/min）	200
Number of CREO treatment	1,2,3,4
Direction of Rotate	Right → Left → Right→Left

3.2.2.4　結晶組織観察

(1)　光学顕微鏡組織観察

光学顕微鏡組織観察試料はワイヤーカットにて試料の押出方向と平行に切り出した。観察面を#1000 エメリー紙で研磨後、アルミナ懸濁液およびメタノールを用いてバフで機械研磨を行った。10 mlHCl-10 mlHNO$_3$-160 mlC$_2$H$_5$OH 水溶液で約 15 sec 化学研磨した後に、4.2g ピクリン酸-10 mlCH$_3$COOH-10 ml H$_2$O-160 mlC$_2$H$_5$OH 水溶液で約 10 sec 粒界腐食を行い観察用試料とした。観察箇所は試料の中心付近(r = 0)、中間部(r = 3)、表面付近(r = 5)である。組織観察は光学顕微鏡 OLYMPUS BH2-UMA を用いて、倍率を 1000 倍として行った。

得られた光学顕微鏡組織から結晶粒径分布測定を行うために、混粒になっている観察領域について微細粒域と粗大粒域にわけた。微細粒域については光学顕微鏡写真から、明瞭に結晶粒界を確認できる 100 個以上の結晶粒の結晶粒界を画像処理ソフト Photoshop で赤色の線で明確にして結晶粒の内部を黒色に塗りつぶし、その他の領域及び結晶粒界を白色に塗りつぶした。画像を画像処理ソフト Scion Image で二値化処理を行い、各結晶粒について断面積を求めた。

i 個目の結晶粒の断面積を Si としたとき、結晶粒径 d_i は次の式で規定した。

$$d_i = 2\sqrt{\frac{S_i}{\pi}}$$

また、n 個の結晶粒の平均結晶粒径は面積分率に対する平均結晶粒径 $\bar{d}$ を次の式で規定して、測定した断面積から結晶粒径を算出した。

$$\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^{n} S_i d_i}{\sum_{i=1}^{n} S_i}$$

(2)　電子線後方散乱解析法（EBSP）による結晶方位分布測定

HCP 合金において重要な異方性を測定するために、電子線後方散乱解析法(EBSP: Electron Back Scattering Pattern)による結晶方位測定を行った。観察する試料は、Fig.3.7 に示した CREO 処理材からの切り出し位置とした。観察面は、切り出し後に、#1000 エメリー紙で研磨後、アルミナ懸濁液およびメタノールを用いてバフで機械研磨にて鏡面を得た。その後、各試料とも 10 mlHCl-200 mlC$_2$H$_5$OH 水溶液により約 30 s 化

学研磨を行い観察用試料とした。

EBSP 測定は TSL 社製の OIM(Orientation Image Microscopy) を備えた電界放射型走査電子顕微鏡(FESEM: Field Emission Scanning Electron Microscopy) HITACHI S-4300SE により行った。なお、加速電圧は 20 kV、測定範囲は 100 μm×100μmm、ステップサイズは 0.5μm で測定を行った。

また、測定によって得られたデータを解析ソフト TSL OIM Date Analysis ver.2.0 により解析を行った。測定結果の信頼性が 90 %以上となる信頼性指数(CI 値：Confidence Index)0.1 以上のデータを抽出して OIM 像を作成した。また調和関数による強度計算を行い、正極点図を作成した。

3.2.2.5　圧縮試験

供試材の塑性加工性を調べるため、単軸圧縮試験を行った。

(1)　圧縮試験供試材条件

恒温圧縮試験に供したマグネシウム合金の CREO 処理を Table3.2.4 に示した。

Table 3.2.4　CREO condition of compressive test material

Appellative	CREO treatment condition	
	1st pass	2nd pass
As extruded	—	—
CREO 1 pass	300 -10 rpm-200 mm/min	—
CREO 2 pass	350 -10 rpm-200 mm/min	300 -10 rpm-200 mm/min

(2)圧縮試験機

圧縮試験機は、最大荷重 200kN の油圧試験機を用いた。（Fig.3.2.6）試験機にはロードセルおよびエンコーダを設置して荷重およびストロークを測定可能とした。

圧縮試験機内に金型加熱装置を取付け、金型および供試材の双方を同じ温度に保った状態で圧縮加工可能とした。すなわち恒温鍛造が可能な圧縮試験機とした。金型加熱はダイセットに組み込んだ抵抗ヒータにて行い、金型内に挿入した熱電対の温度をフィードバックして電流調整器にて温度制御を行った。（Fig.3.2.7）

金型には、ハイス鋼を使用して、マグネシウム合金との焼き付きを防止した。

Fig.3.2.6　Compressive test machine

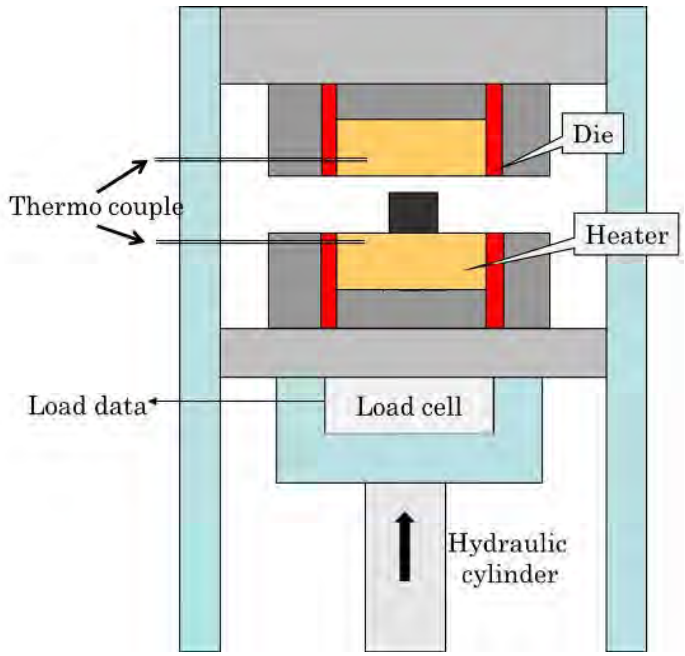


Fig.3.2.7　Principle of compressive test

(2)　圧縮試験条件

試験片としては、押出材、CREO 処理材を旋盤でΦ10 mm に切削後、放電加工機で円柱状に切り出し、端面を#1000 エメリー紙で研磨した。

室温での圧縮試験においては、Table 3.2.5 に示したように、初期高さを 10.0、9.4、8.9 mm に調整し、試験片を油圧プレス機でそれぞれ 8.0 mm まで室温で圧縮加工し各試料の破断限界を調査した。これはマグネシウム合金の冷間における限界圧縮率が約 20%程度になることが予想され、破断近傍での寸法を同一レベルに調整したことによる。初期クロスヘッドスピードは 1 mm/sec で一定とし、潤滑材には Mo を 5 %含む鉱油を用いた。

Table 3.2.5　Condition of compression test at room temperature

Initial height	Compression rate	Height after compression
10.0 mm	20%	8.0 mm
9.4 mm	15%	
8.9 mm	10%	

恒温圧縮試験は、Table.3.2.6 に示したように、温度は 150 ℃、175 ℃、200 ℃とし、金型を所定温度まで加熱した後、圧縮試験片が十分所定温度まで加熱されるよう約 2 分間金型上で加熱保持した後、それぞれ 8.0 mm(圧縮率 20 %)、6.0 mm(同 40 %)、4.0 mm(同 60 %)、2.0 mm(同 80 %)に圧縮加工を行い、試料の破断限界を調査した。なお、潤滑材には Mg 合金塑性加工用の潤滑油を用いた。

結晶粒微細化材の場合には、延性および変形抵抗の変形速度依存性が大きい事が知られている。そこで初期クロスヘッドスピードは 10 mm/sec で一定とし、初期ひずみ速度が 1 s^{-1} に相当する条件で行った。初期ひずみ速度を一定にするため、圧縮試験供試材の初期高さを 10mm で一定にした。

Table 3.2.6　Condition of compression test at Isothermal

Temperature	150,175,200 ℃
Compression ratio	20,40,60,80　%
Initial size of test piece	Φ10×10　mm
Cross head speed	10 mm/sec

また、圧縮試験中の変形荷重をロードセル、および変位をリニアスケールエンコーダによって測定し、真応力－真ひずみ曲線を作成した。なお、真応力は試料が均一変形しているものとみなして算出した。また、圧縮変形中の変位を測定した結果、変形中のクロスヘッドスピードはほぼ一定であったため、変形開始点から変形終了点までの変形に要した時間をもとに変形中の平均クロスヘッドスピードを決定し、それをもとに真ひずみを算出した。

3.2.3　結果および考察

3.2.3.1　CREO 処理

3.2.3.1.1　温度測定結果

Fig.3.2.8 に【300 ℃】【350 ℃】【300 ℃水冷なし】の 3 水準についての温度履歴測定結果を示す。300 ℃、350℃ともに加熱中心で最高温度をとるのではなく、加熱中心からさらに 5～10 mm 移動した位置で最高温度を示していた。また加工発熱も加算される事から、実際の加工温度は設定温度よりも高くなっていると考えられる。

300℃では大きな冷却速度を示したが、350℃では表面での冷却速度が低下した。冷却速度については中心部の方が早くなった。これは高周波コイルを通過した後も、コイルからの輻射熱の影響が表面のみに作用したのではないかと考える。冷却速度が遅い表面部においても 200 ℃以上の高温領域は、最高温度から 7～8sec の区間のみであった。

水冷を無くした条件にて温度測定を実施した結果、冷却速度が著しく低下して徐冷条件となった。CREO 処理が終了してからも表面付近で 10 sec 以上、中心付近では 50 sec 以上も 200 ℃以上の高温に保持されていることがわかり、加熱保持時間の長さによる、再結晶および粗大化が懸念された。

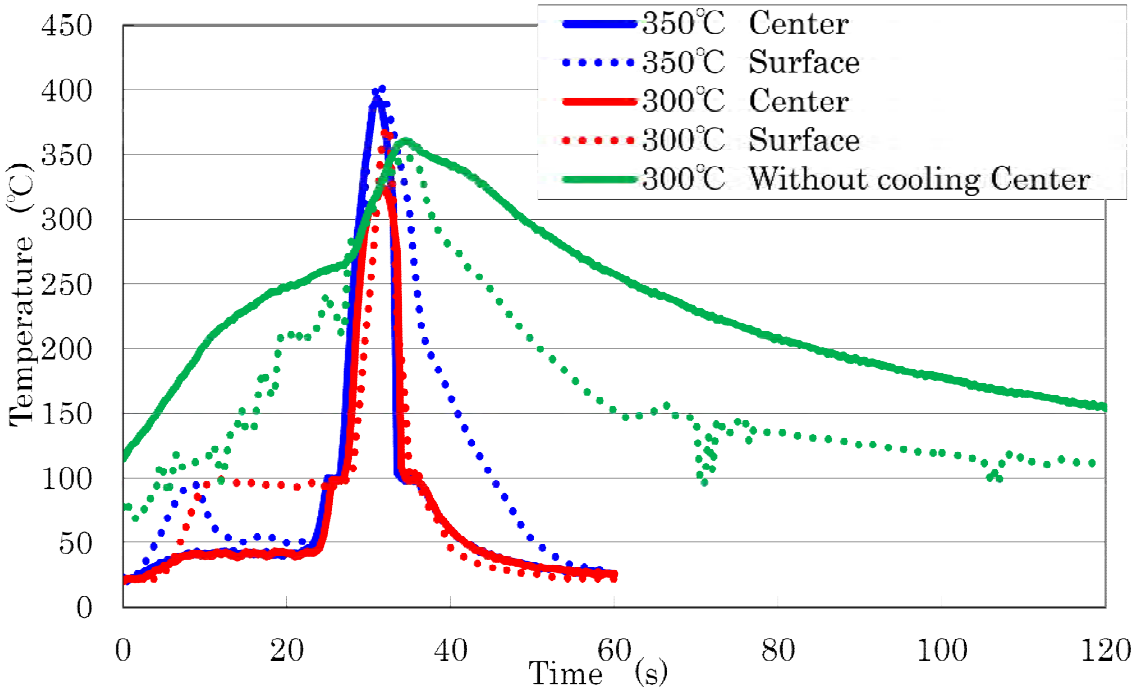


Fig.3.2.8　Result of temperature measurement

また中心部よりも表面部のほうがやや温度が高くなる傾向にあったが、予想外に小さく、棒材内外の温度差については、その影響が無視できるほど小さいことが分かった。

3.2.3.1.2　CREO 処理後外観

AZ61 の CREO 処理条件と外観を Table3.2.7 に示した。AZ61 では、350℃での高温処理で筋模様が顕著に現れた。捻り回転数 10 rpm、横移動速度 100 mm/min の試料においては送り方向のスジの間隔は 10 mm であり、捻り回転量と一致した。加工可能条件よりも大きな CREO-Value で CREO 処理を行った場合、加工時に発生するスジに沿っての破断が確認された。これは塑性不安定状態に入ったことで、ネッキングを生じて破断に至ったものと推定出来る。

複数回 CREO 処理において、1 パス目と 2 パス目を逆方向で実施した場合に、1 パス目の CREO 処理で発生していた表面の筋模様が、2 パス目終了後には目立たなくなっている様子が観察された。表面に発生する筋模様については、HCP のみならず FCC、BCC 等の他の合金系でも観察される現象である。塑性変形が開始する位置にせん断帯が生じたものと思われる。組織観察では、スジ模様直下に得意な結晶組織は観察されなかったことから、そのせん断帯から内部へひずみが伝播され破壊に至ったものと考えられる。

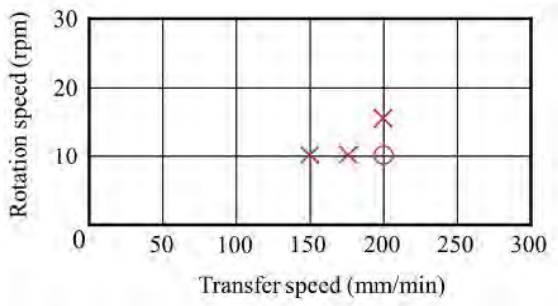
Table　3.2.7　Outlook of specimens after CREO of AZ61

	Temperature	Rotation speed	Transfer speed	CR-V	Outlook
As extruded	—	—	—		
CREO 1pass	350℃	10rpm	100mm/min	3.76	
CREO 1pass	300℃	10rpm	200mm/min	1.88	
CREO 1pass	300℃	10rpm	150mm/min	2.51	
CREO 1pass	350℃	10rpm	200mm/min	1.88	
2pass	300℃	−10rpm	200mm/min	1.88	

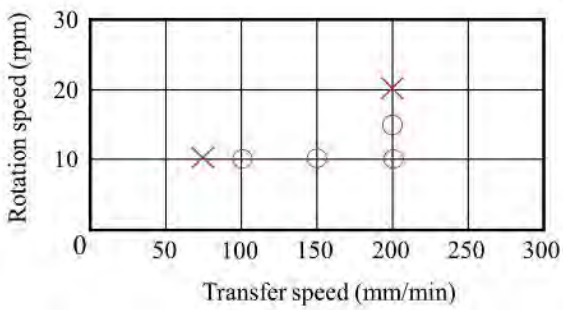
3.2.3.1.3　CREO 処理限界

(1)　CREO1 回処理における加工限界

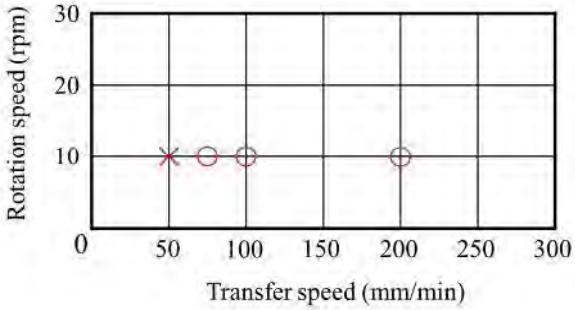
AZ61 押出材の各加工温度における CREO 処理可否マップを Fig.3.2.9 に示した。最も低い 300℃での CREO 処理において、捻り回転量 10rpm で横移動速度 200mm/min が加工可能となった。温度上昇に伴い回転量が 10rpm で一定の条件で、横移動速度が遅い側に加工可能範囲が広がった。横移動速度が遅くなると、相対的に回転量が増加したことと同じ効果となり、CREO-Value が大きくなる。すなわち温度が 300℃から 350℃に上昇したことにで材料の延性が上がり、限界 CREO-Value が大きくなった。更に温度を上げて 400℃にすると、CREO 処理可能な限界 CREO-Value は 350℃に比較して 25%増加した。



(a) CREO at 300℃



（C）　CREO at 350℃



(C)　CREO at 400℃

Fig.3.2.9　CREO process limitation of AZ61 at each temperature

以上の結果を、捻り回転数 10 rpm における加工限界条件での限界 CREO-Value と加工温度の関係で整理した。（Fig.3.2.10）処理温度が高くなるほど限界 CREO-Value は大きくなり、1 回の CREO 処理で導入することのできるひずみ量が大きくなることがわかる。また限界 CREO-Value と CREO 処理温度は、ほぼ直線的な比例関係を示す事が分かった。

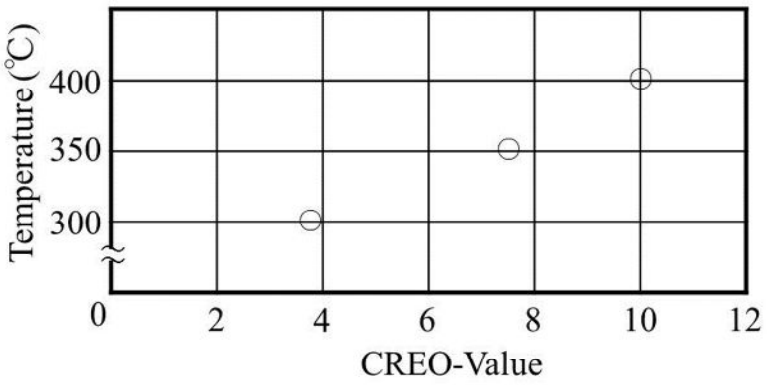


Fig.3.2.10　CREO process limitation of AZ61 at each temperature

(2)　複数回 CREO 処理適用時の加工限界

複数回 CREO 処理の可否を、Table 3.2.8 に示した。複数回処理には多くのパターンが存在するため、CREO 処理条件の温度以外の条件は、10 rpm-200 mm/min とした。これは最も延性が低い 300 ℃1 パス処理における最大捻り回転量を採用したものである。

先ずCREO処理の1パスと2パスを同一方向としてCREOP処理を行った。この結果、1 パス時に発生したスジに沿って試料が破断した。これは同一方向にひずみが加算されえることによるものと考えられる。そこでパス毎に捻り回転方向を逆にして(奇数パス回数目：右回転、偶数パス回数目：左回転)行った。1 パスと 2 パスの加工温度を 300 ℃の場合、2 パス目の CREO 処理において破断を生じた。そこで 1 パス目の加工を 350 ℃に上げて延性を向上させて、付与したひずみ量が限界よりも大幅に小さくなるように設定した。この結果、2 パス目の加工が 300 ℃で可能となった。また処理温度をすべて 350 ℃とした場合、4 パス目まで加工できることがわかった。これは 1 パスにおける限界ひずみ量に余裕があることから塑性不安定状態に無いこと、および低温により転位の残留による延性低下が避けられることが原因と考えられる。

Table 3.2.8　Map of CREO process limitation

CREO condition(temperature)	Pass times 1	2	3	4	8
350 →350 ℃	○	○	○	△	×
350 ℃ →300 ℃	○	○	△	×	
300 ℃ →300 ℃	○	×			

○：Good　△：Partially break　×：Break

(5)加工限界に関する考察

加工限界は、温度が高いほど向上する傾向を示した。これはせん断ひずみが付与された加熱領域での材料延性に依存していると考えられる。温度と限界ひずみ量（限界CREO-value）に 1 次比例し、CREO の加工限界は 1 次関数で表されることがわかった。これは加工限界となる破壊が表面の最大せん断ひずみのみに依存することで、自由表面での最大ひずみを考えればよいことを示している。

マグネシウム合金押出材では、マグネシウムの主要すべり面である(0001)面が棒材押出方向（長手方向）に沿って並ぶことが知られている。このため CREO 処理における捻り変形は、長手方向に沿っている(0001)面に対して交差するような形でせん断変形を加えることになるため、CREO-Value を大きくとることができないと考えられる。そこで多くの滑り面が活動する 330℃以上の温度域にて CREO 処理を行う事で、多くのひずみを付与する事が出来た。また CREO 処理によるせん断ひずみ付与の過程において、捻り方向に沿って(0001)面が形成されることが予想されるが、既存の軸方向の(0001)面も残存するために、2 パスを低温である 300℃で処理可能になったのではないかと考えられる。

また 300 ℃における AZ61 と A5056 の CREO 処理条件[22]の比較を示す。加工限界条件は横移動速度が 200 mm/min のとき、捻り回転数が AZ61 の場合 10 rpm であるのに対し、A5056 では 80 rpm での加工が可能である。これは熱間延性の差によって生じた

ものと考えられる。(Fig.3.2.11)

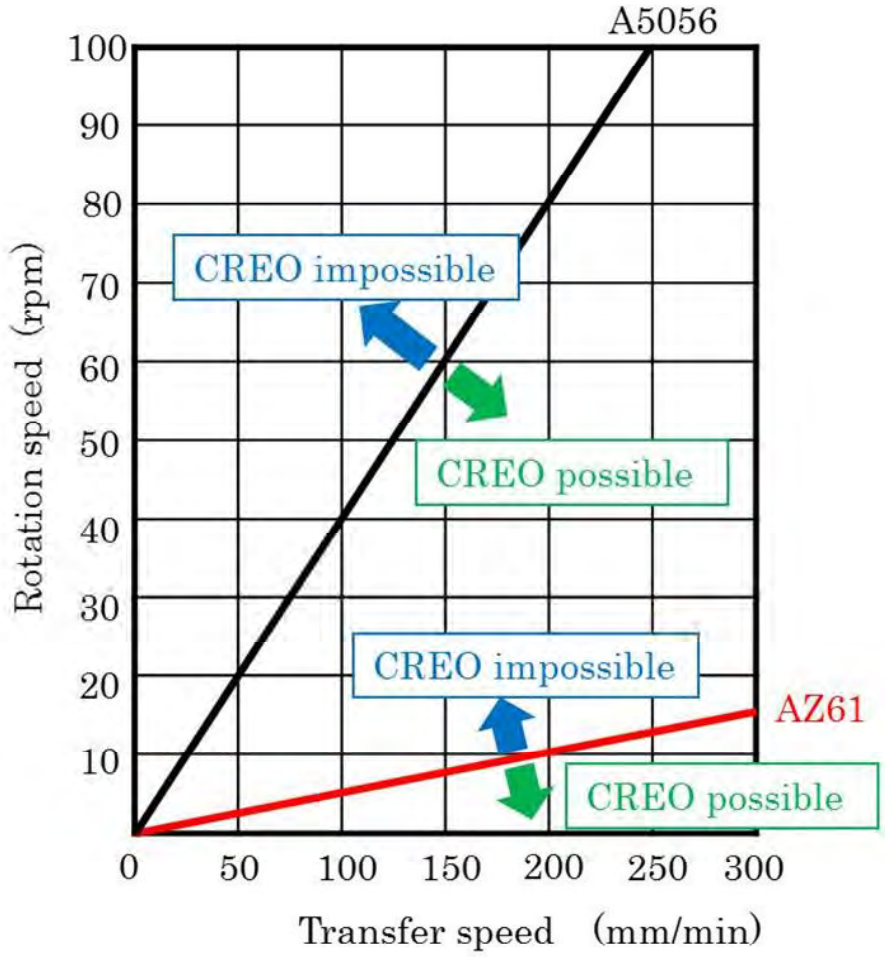


Fig.3.2.11　CREO process limitation of AZ61 and A5056

3.2.3.2　結晶組織観察結果

3.2.3.2.1　マクロ組織観察

棒材全域でのマクロな結晶組織分布を観察すべく、AZ61 に対して CREO1 パス処理材 (300 ℃-10 rpm-200 mm/min)　について試料断面全体のマクロ断面組織を観察した。(Fig.3.2.12)　広域に結晶組織を観察するために、光顕写真を貼り合わせ広域化を図った。

CREO 処理の開始部および終了部は、加工域と未加工域の境界がすり鉢状になっており、また全面に渡って中心部に幅 1～2 mm の芯が残存している様子が確認された。温度測定においては表層部と中心部の加熱幅に差は見られない。すなわち低変形抵抗の幅についての内外差は見られない。しかし捻り変形開始によって、表層部のひずみ量が大きいことから、加熱軟化領域が表層ほど広がった可能性が考えられる。

また CREO 処理が充分に行われている定常領域においては、残留した中心粗大部の幅は送り方向に対して均一な大きさとなった。

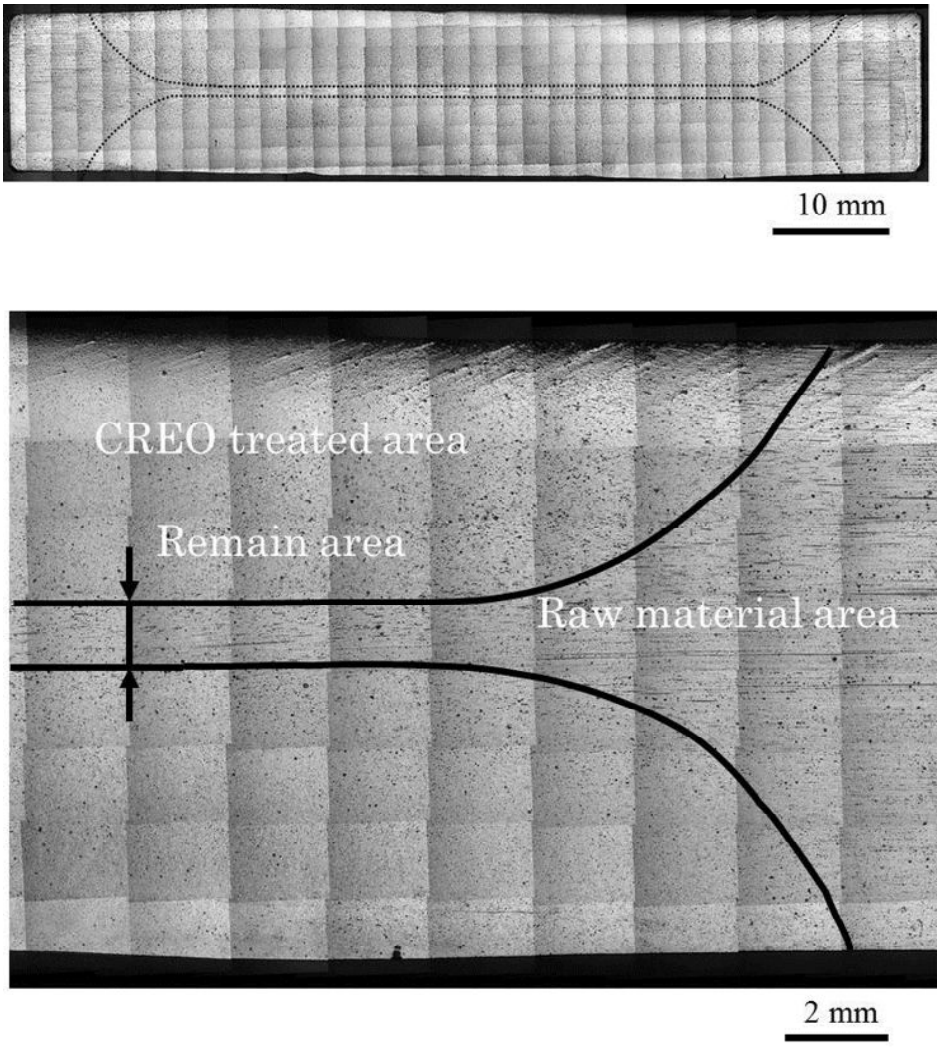


Fig.3.2.12　Macro structure of AZ61 CREO cross section

3.2.3.2.2　CREO 処理による結晶方位変化

各処理位置における結晶方位の変化を調べるために、CREO処理 1パス材(350 ℃-10 rpm-100 mm/min)の各部長手方向断面についてSEM-EBSP観察を行った。その結果得られた(0001)正極点図およびOIM像をFig.3.2.13に示した。

押出素材部分である③④は、熱間押出によって形成された押出方向に平行に(0001)面が並んだ集合組織を示した。またCREO処理領域の中心部①②は、押出領域と類似した集合組織を示し、熱間押出時に形成された集合組織がCREO処理領域の中心部①②に残留していることが分かった。

表面近傍における集合組織の変化を見るため、押出部からCREO処理部への移行するFig.3.2.13の⑤～⑧に示した領域に着目した。押出棒材部である⑧→⑦の領域では、棒材長手方向に沿った集合組織が形成されており、結晶粒径にも大きな変化は見られなかった。CREO処理が付与開始された⑥においてTD方向に傾きが始まり、⑤のCREO定常状態では更に傾きが大きくなり、RD方向に強い集合性を示した。すなわち半径方向に(0001)面が並ぶ集合組織を形成し、押出方向からほぼ直角方向に集合組織が方位を変えていることがわかった。

結晶組織は⑦から微細化が始まり、CREO処理進行に伴って微細化し、⑦→⑥→⑤の順に微細化が進行した。⑤に示すCREO定常状態の結晶粒径は、残存する粗大粒でも10μm以下で、大半の部分では数μm以下もしくはひずみが残留した組織となった。

CREO処理が十分に付与された定常状態となっている⑤では、半径方向に沿った集合組織が形成された。ただし集合性については、ランダム化も進行してきており、半径方向に集合性を有するが他方向にも(0001)面が存在することから、延性向上が期待できる。結晶組織は微細化されており、集合性の低下と併せて大幅な延性向上が期待できる結晶組織が得られた。

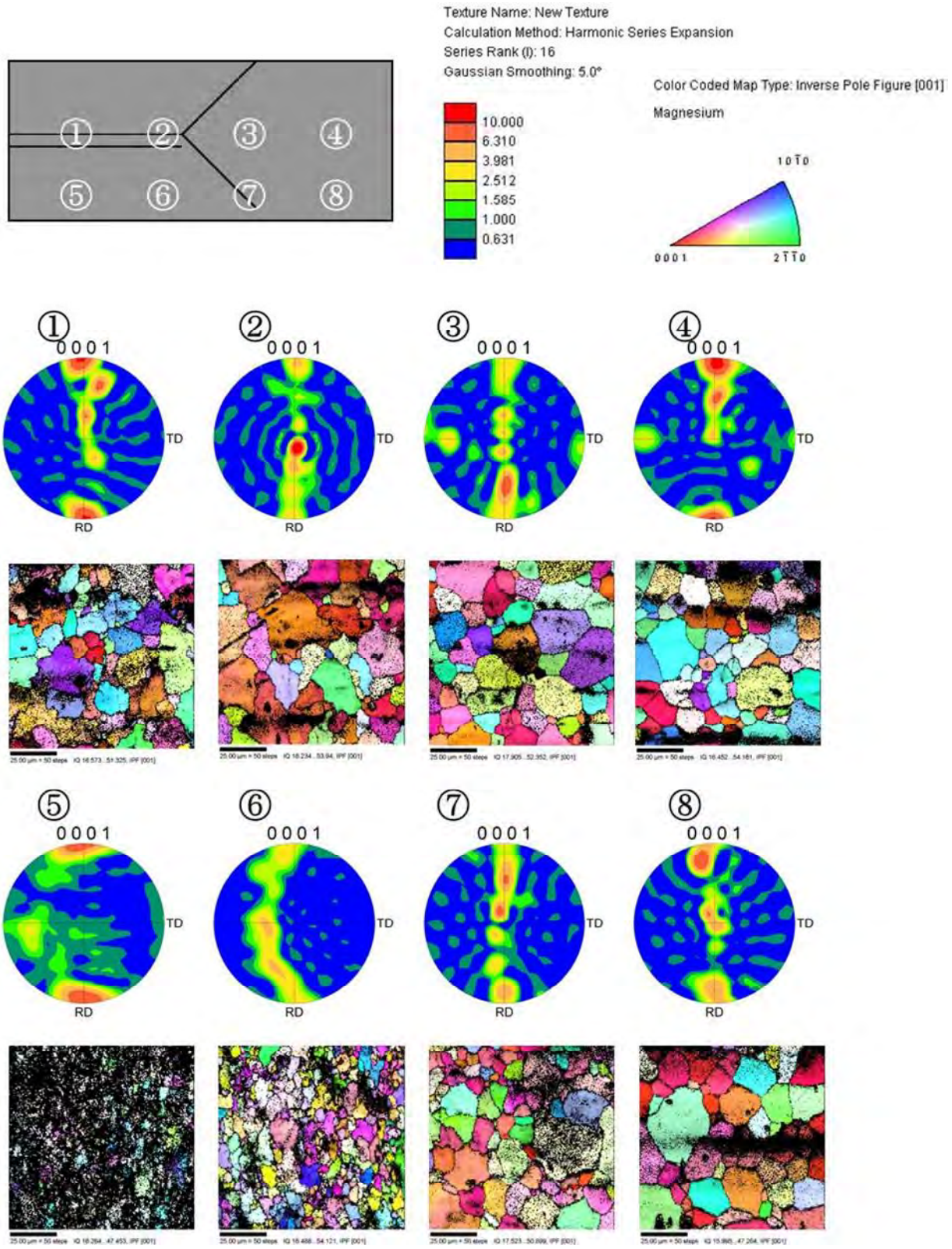


Fig.3.2.13 Cristal orientation of each position by SEM-EBSP

3.2.3.2.3　CREO 処理条件における結晶組織変化

(1)　押出材

Fig.3.2.13 に押出材の光学顕微鏡写真を示す。全体的にほぼ均一な組織となっており、押出材としては良好な結晶組織を示した。平均結晶粒径は中心部で 18 μm、中間部で 19μm、表面付近では 21μm であり、表層部の方が若干ではあるが微細な傾向を示した。これは棒材製造の押出加工の表層部は、大変形を受けると共に押出金型との摩擦によって多くのひずみが付与されて軽微ではあるが微細化の傾向を示したものと思われる。

組織はほぼ等軸であることから十分に高い温度で押し出されたものと思われる。一部には双晶変形した結晶粒が観察された。

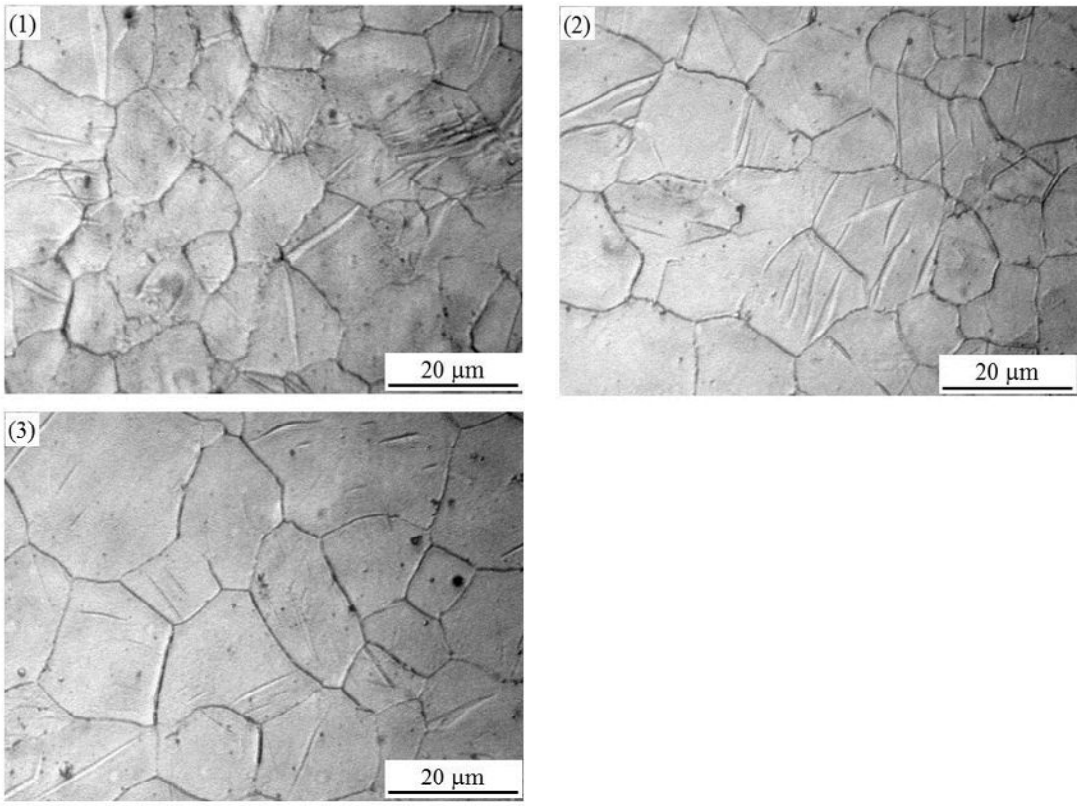


Fig.3.2.13　Optical microstructure of　extruded rod
(1) Surface　(2) 1/2R　　(3) Center

(2) CREO 処理 1 パス材

①300 ℃ CREO 処理材　【300℃-10 rpm-200mm/min】

Fig.3.2.14 に光学顕微鏡写真を示す。中心付近では押出材の組織が残っているものの、粒界付近には一部微細な再結晶粒が確認された。この微細な結晶粒の割合は表面に行くに従って増加し、中間部で 47 %、表面付近で 57 %が結晶粒径 5μm 以下の微細

粒になっていることがわかった。表面付近の微細粒域の平均結晶粒径は 1.5μm であった。

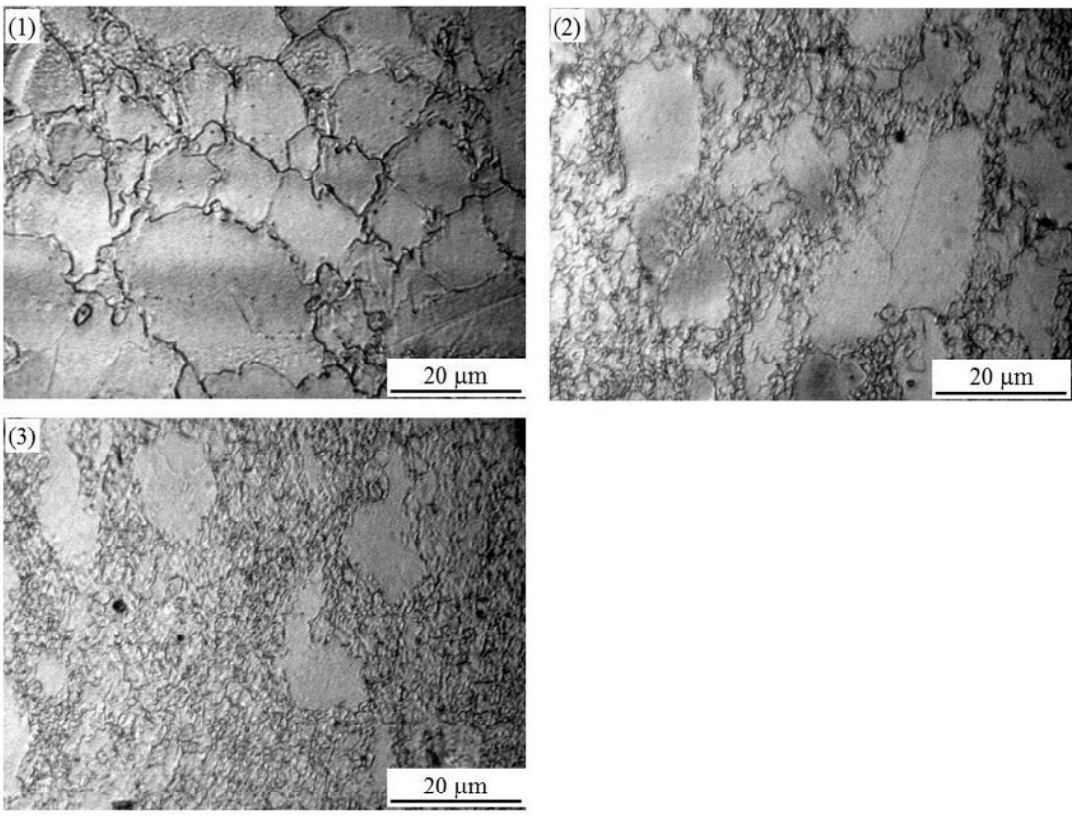


Fig.3.2.14　Optical microstructure of　CREO　【300℃-10 rpm-200mm/min】
（1）Surface　(2) 1/2R　(3) Center

②350 ℃ CREO 処理材　【350℃-10 rpm-100 mm/min】

Fig.3.2.14 に光学顕微鏡写真を示す。中心付近では粒径約 5μm 程度の微細粒域が帯状に形成されている組織と押出材の組織がそのまま残っていると思われる 10～20 μm の結晶粒が確認された。また、表面付近ではほぼ全面に渡って結晶粒径約 5 μm 程度の微細粒になっている様子が確認された。しかし CREO 処理温度の上昇に伴い、300℃での CREO 処理と比較して、結晶粒径は大きくなり、低温ほど結晶粒径は小さくなる Z パラメータを実証した結果となった。

結晶粒微細化は、素材の結晶粒界を起点に進んでいくことがわかった。中心部分では粒界近傍にひずみが観察され、素材の結晶粒径に対して幅を有してきていることがわかる。更に 1/2R 領域では、素材の粗大粒が粒界から進行する微細化が不十分で未微細化の粗大粒が残存したものと考えられる。

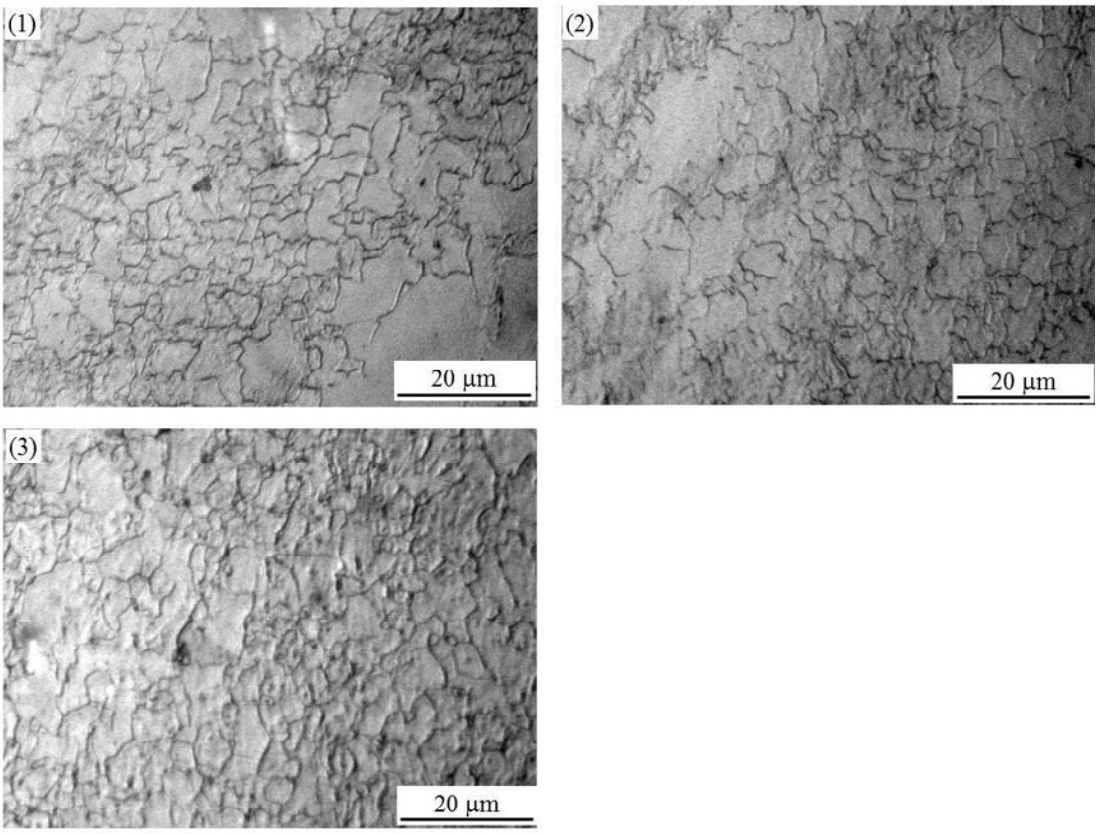


Fig.3.2.14　Optical micro structure of　CREO　【350℃-10 rpm-100mm/min】
(1) Surface　(2)　1/2R　(3) Center

③350 ℃ CREO 処理材　【350℃-10 rpm-200 mm/min】

②の CREO 処理条件に比較して、横移動速度のみ 2 倍の 200mm/min に遅くした CREO-value 半分の条件にて CREO 処理した光学顕微鏡組織を Fig.3.2.15 に示した。中心付近では押出材と同様の～20μm の結晶粒径で、表面付近では結晶粒径は約 5μm 程度であった。2 倍のひずみ量を付与した【350℃-10 rpm-100 mm/min】の条件に比較して、表面付近の微細化は同等レベルであるが、1/2R の領域において粗大粒の残留が顕著であった。中心部については、素材の結晶粒界近傍で僅かに微細化が開始された程度であり、捻り変形量の不足により、中心部での微細化が進行していない事が明らかになった。

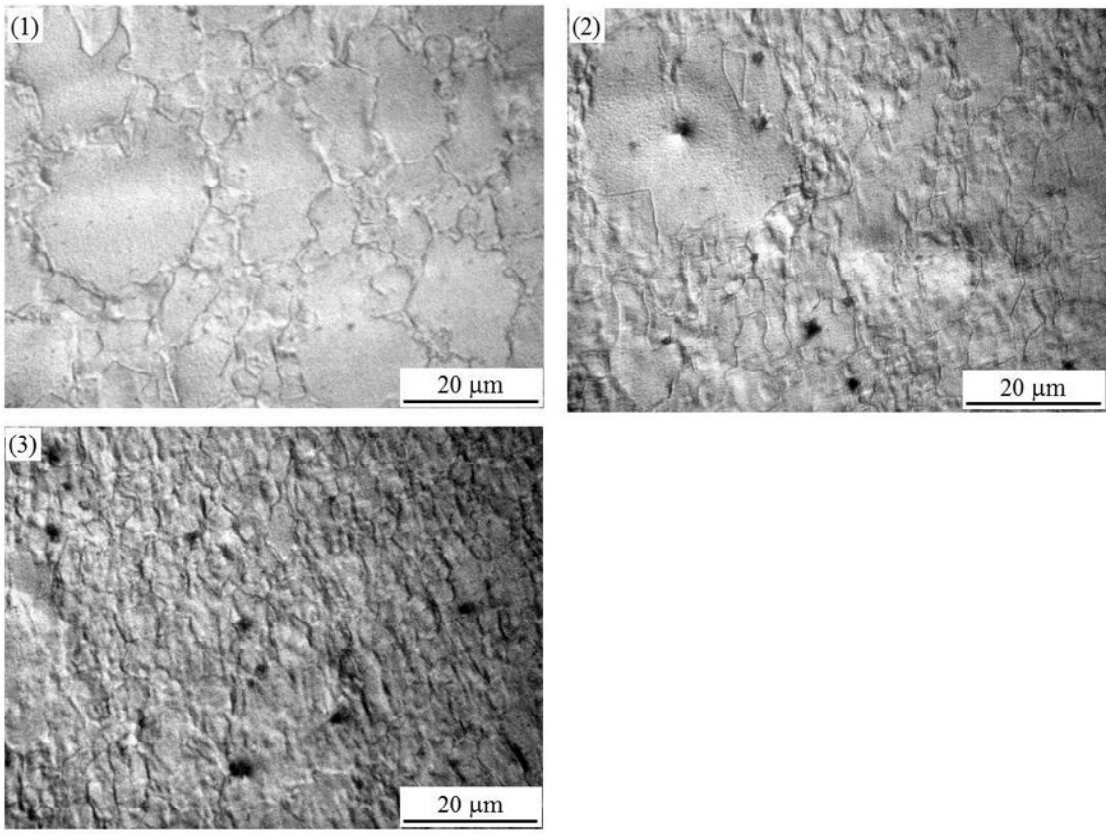


Fig.3.2.15　Micro structure of 350 ℃ CREO 【350℃-10 rpm-200 mm/min】
(1) Surface　(2)　1/2R　(3) Center

④ 400 ℃　CREO 処理材　【10 rpm-75 mm/min】

Fig.3.2.16 に光学顕微鏡写真を示す。中心付近では結晶粒径 10～20μm の組織となっており、また①の条件の試料のように粒界付近に微細な再結晶粒が現れている様子も無く、捻りひずみ不足により素材の結晶粒界がそのまま維持されていることがわかった。表面近傍でも結晶粒径は約 10μm 程度であり、結晶粒微細化程度は低くなった。

付与される捻り変形のひずみ量としては最大であるにも係わらず、中心部の組織変化は見られなかった。これは処理温度が非常に高く、中心部のひずみ量が小さいことから、既存の粒径による結晶粒界滑りと回復再結晶が同時に発生することによって、素材の結晶粒界に戻っていることによるものではないかと考えられる。

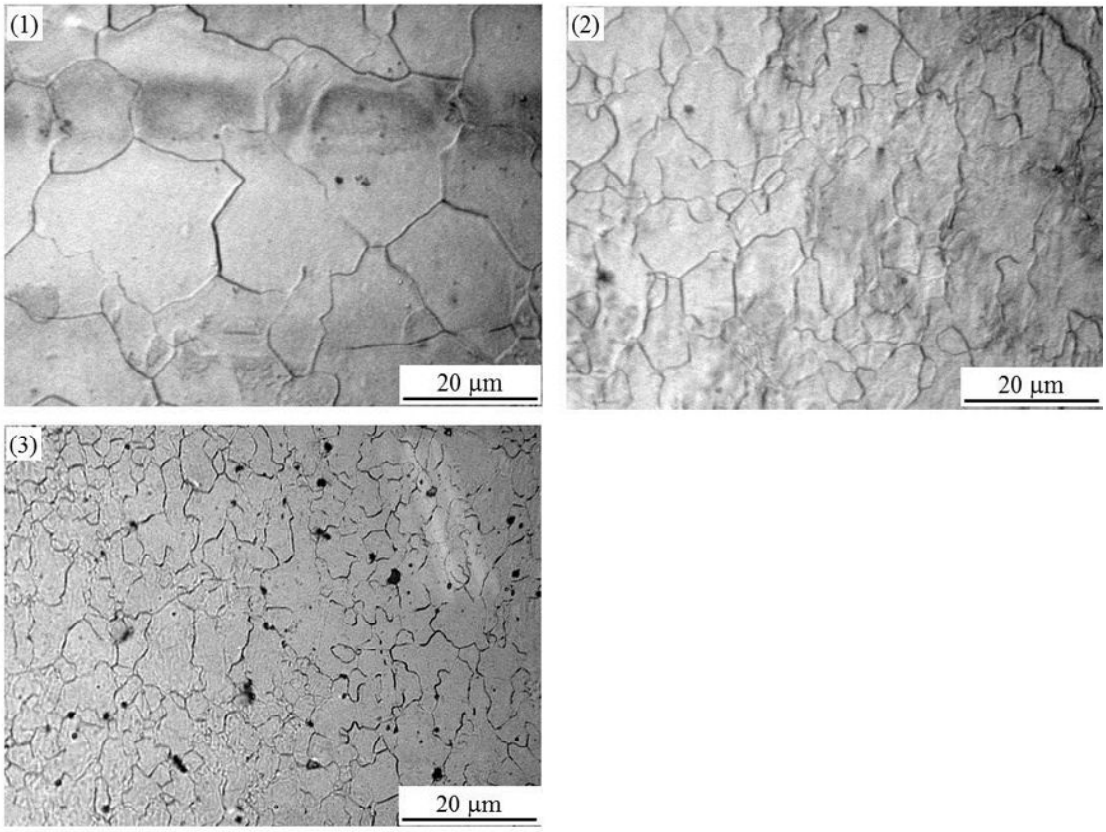


Fig.3.2.16　Microstructure of 400 ℃ CREO　【400℃-10 rpm-75 mm/min】
(1) Surface　(2)　1/2R　(3) Center

⑤1 パス CREO 処理における光顕組織のまとめ

CREO 処理による結晶粒微細化は、素材の結晶粒界を起点として微細化が進行して、ひずみ量の増大に伴い、素材の残留粗大粒が消失し均質な微細化組織となることがわかった。CREO 処理は、低温ほど得られる結晶粒径は小さくなるものの、低温下により延性も低下するため付与可能な捻り変形量が低下する。結果として、中心部近傍のひずみ量が特に不足して、粗大粒が残留する結果となった。

CREO 処理温度を高くすることで付与可能なひずみ量が増大し、微細化領域は中心部側に拡大して行った。その一方で、表面近傍の大きなひずみ付与されている領域での結晶粒は、温度上昇に伴い大きくなる傾向を示した。

更に高温にて CREO 処理する事で、表面近傍での粗大化傾向を示すだけでなく、捻り変形のひずみ量としては最大であるにも拘わらず、中心部に素材粗大粒が残存した。これは処理温度が非常に高いことと、中心部のひずみ量が小さいことから、CREO 処理によって微細化した結晶粒が熱によって粗大化した可能性があると考える。

(3) CREO 水冷なし処理材

① 300 ℃ CREO 水冷なし処理材 【10 rpm-200mm/min】

CREO 処理は水冷がない状態でも加工可能であり、また加工限界も水冷があった場合の 300 ℃での加工と同様であった。Fig.3.2.17 に光学顕微鏡写真を示す。表面付近では結晶粒径約 5μm で同条件の水冷がある場合と比較して粗大になっている様子が確認された。

一方で中心部近傍の結晶組織には粒界を起点とした微細化が進行していた。水冷を付与した 300℃で同条件の CREO 処理材の結晶組織との比較においても、微細化の進行した領域は広いと言える。加熱領域が広くなったことで、ひずみ付与の角度が浅くなったことから、中心部までひずみ伝播した可能性がある。

また水冷無しの場合には、表層部に対して中心部の冷却速度が大幅に遅くなっている。このため外周部の変形抵抗が上昇した後に、表層部がシェル状に作用して、内部のみが変形した事によって微細化が進行した可能性が考えられる。

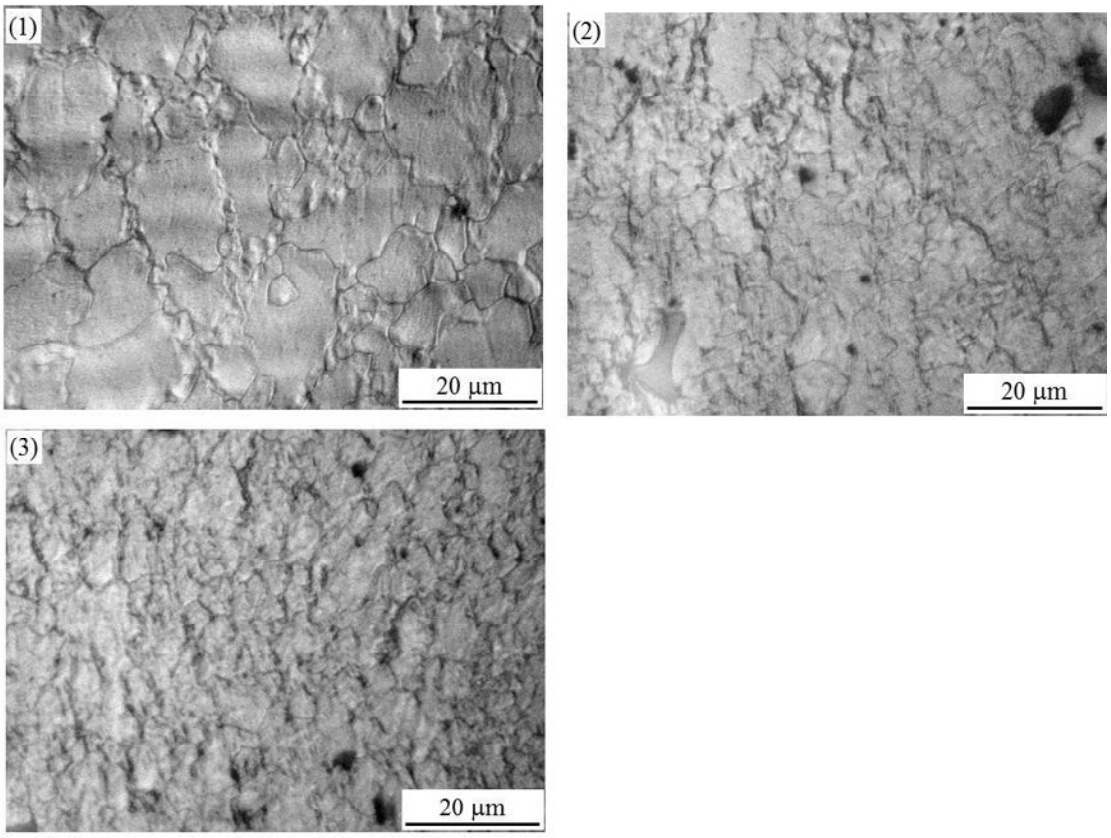


Fig.3.2.17 Microstructure of CREO at 300℃ without cooling
(1) Surface (2) 1/2R (3) Center

(4) CREO 処理複数パス材

① 350 ℃→300 ℃ CREO 2 パス加工材　【10 rpm-200 mm/min】

Fig.3.22 に光学顕微鏡写真を示す。表面付近では平均結晶粒径 1.4 μm の均一微細な結晶組織を得る事が出来た。300℃1 パスの CREO 処理と比較すると、微細結晶粒の大きさには顕著な差はないが、Fig.3.2.18 に示した 1 パスの CREO 処理では残留していた約 15μm の粗大粒が、2 パス処理によって消失して微細均一組織が得られた。

また中間部でも、1 パスでは多く残留していた粗大結晶粒が、2 パス CREO 処理によって粗大粒は著しく減少することがわかった。

中心部付近では、押出材の組織が残っているものの、粒界付近に微細な結晶粒が現れてきている。1 パス CREO に比較して、2 パス CREO 処理により結晶粒界から進行する微細化領域のバンドは拡大する傾向を示した。

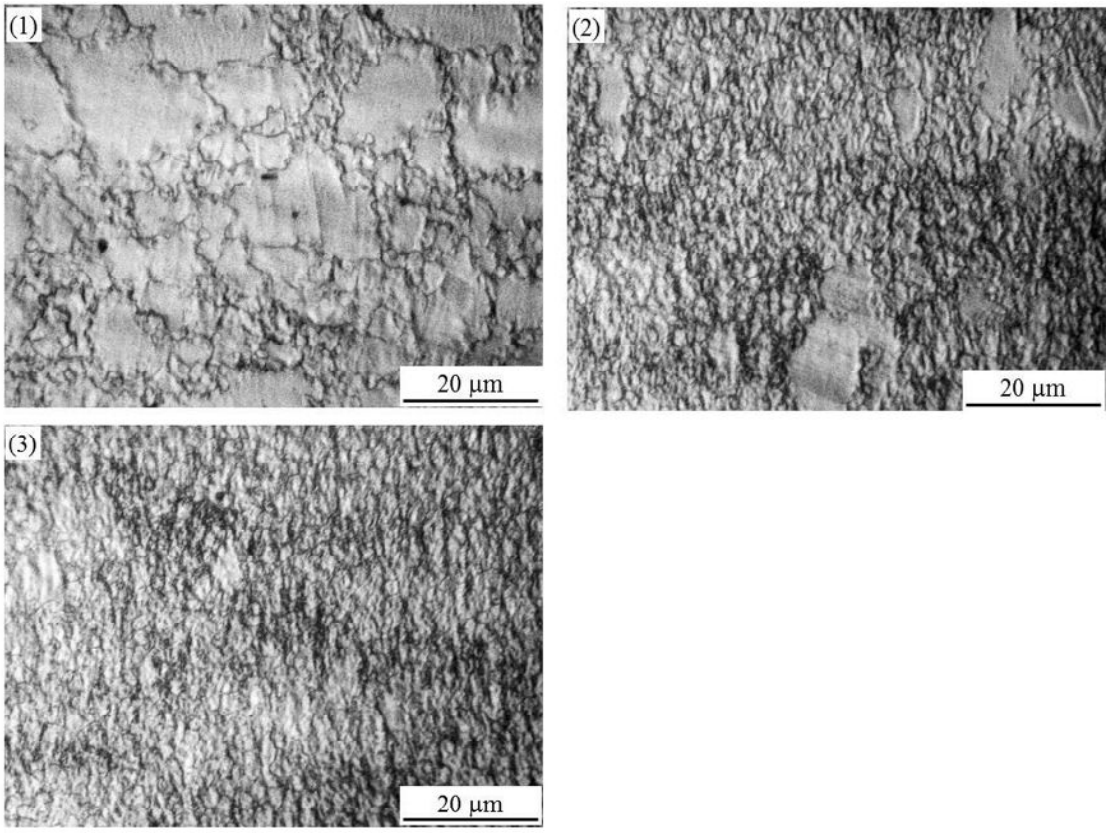


Fig.3.2.18　Microstructure of　350 ℃ → 300 ℃　【CREO 2pass】
(1) Surface　(2)　1/2R　(3) Center

② 350 ℃ CREO 2 パス加工材 【10 rpm-200 mm/min】

Fig.3.2.19 に光学顕微鏡写真を示す。表層部の結晶組織は微細化され光学顕微鏡では判別が困難なレベルであったが、2 パス目を 300℃で CREO 処理した場合と比較して、粒は等軸であり高温CREO処理に起因する再結晶の進行によって等軸化が進行したのではないかと考えられる。

中間部は、300℃で見られた微細粒と粗大粒の明確に区分された混合組織ではなく、数 μm レベルの結晶粒が均一に分散した結晶組織となった。CREO処理温度の高さにより、ひずみ付与後の再結晶が進行したものと考えられる。

中心部付近の結晶粒径は押出材の場合と変化が少なく、粒界 3 重点近傍で数 μm の比較的小さな結晶が存在するが、粗大粒においては結晶粒界からの微細結晶粒のバンド形成などは観察されなかった。これは高温加熱によって捻り変形が表層部および中間部の変形能が高くなったことから、中心部までのひずみ伝播量が減少したのではないかと考えられる。

これは全体的に加工組織になっている様子が確認された。表面付近の組織については光学顕微鏡観察では結晶粒界が充分に確認できなかった。

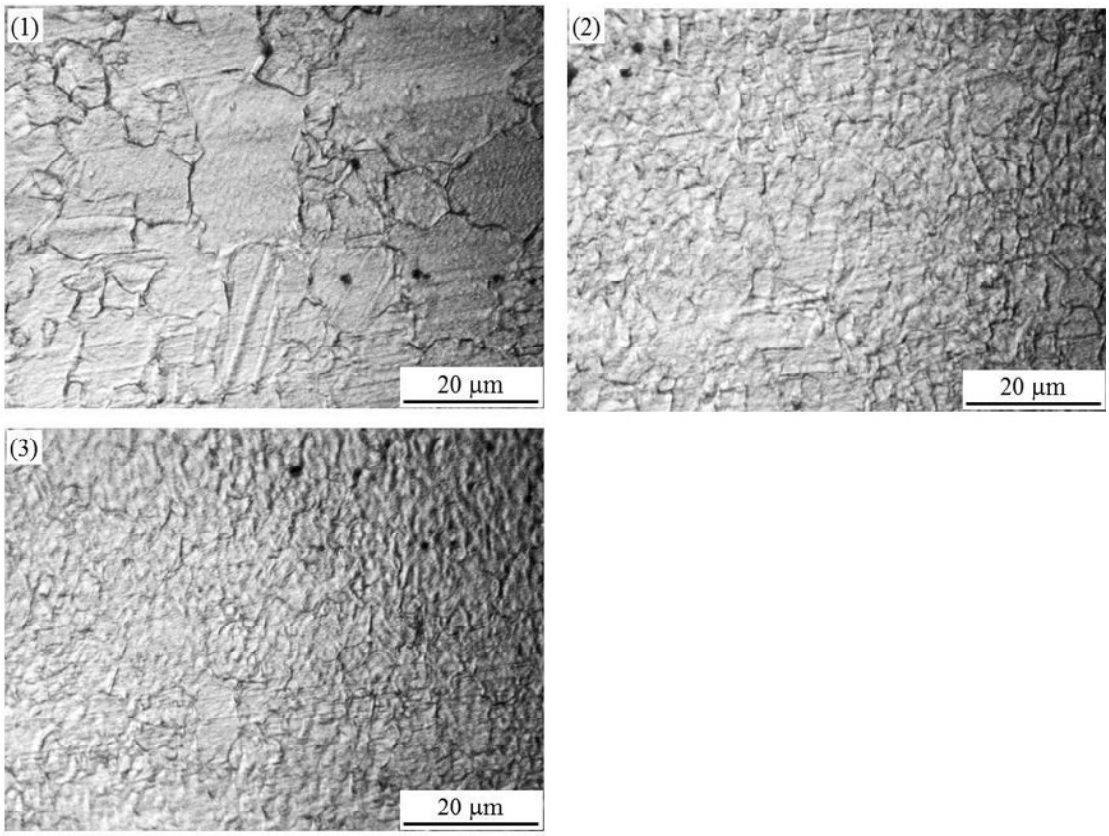


Fig.3.2.19 Microstructure of 350 ℃ → 350℃ 【CREO 2pass】
(1) Surface (2) 1/2R (3) Center

③　350 ℃ CREO 4 パス加工材　　【10 rpm-200 mm/min】

Fig.3.2.20　に光学顕微鏡写真を示す。2 パス加工材と同様に、全体的に CREO 処理による微細化組織となっている様子が見られる。中心部では粗大粒の残留が見られ、CREO 処理回数を 2 パスから 4 パスへと増やす事による、中心部微細化の効果は見られなかった。

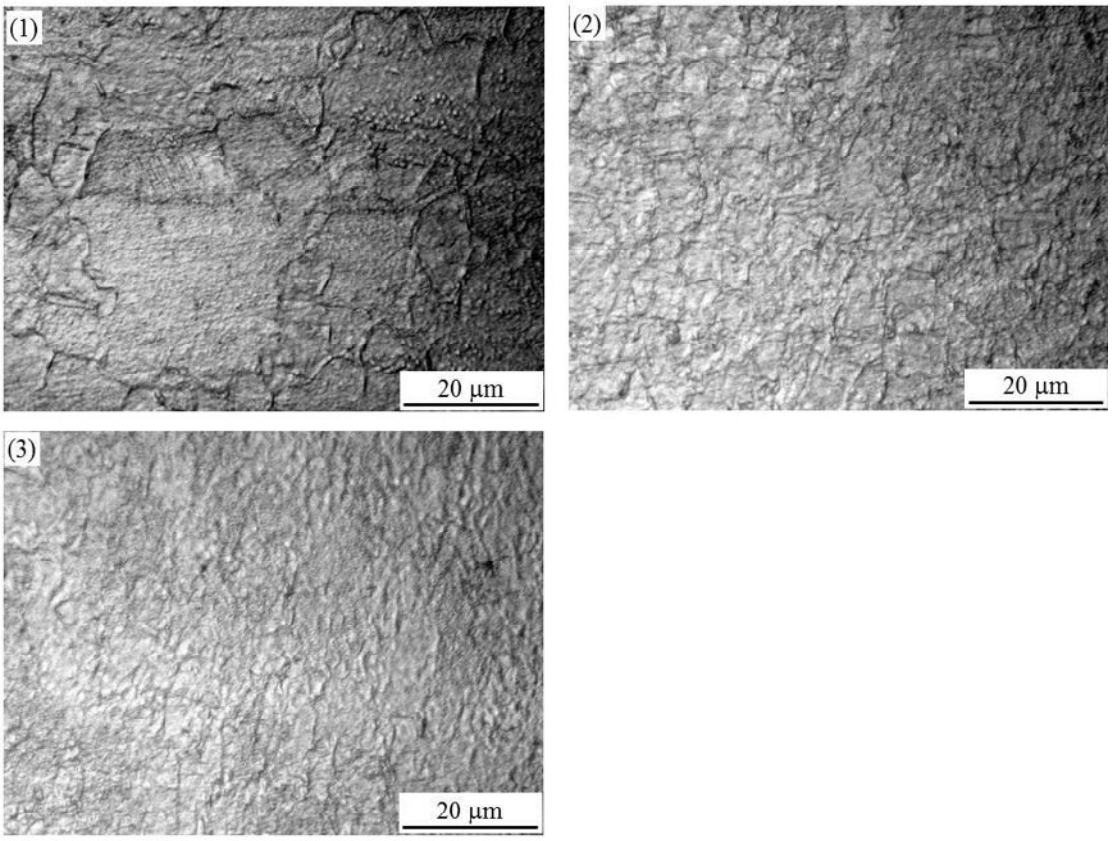


Fig.3.2.20　Micro structure of　350 ℃ → 350℃　【CREO 4pass】
(1) Surface　(2)　1/2R　(3) Center

④複数回 CREO 処理における光顕組織のまとめ

複数回の CREO 処理により結晶粒微細化が進行する事がわかった。特に 1 パス目で残留していた粗大粒を微細化して均質組織を得る効果が顕著であった。複数回の効果は、2 パスと 4 パスでは顕著な差は観察されず、2 パス処理が結晶粒微細化および均質化に効果的であることがわかった。複数回処理において、初回の CREO 処理においては、ひずみ量を多く付与するために高温側で処理し、2 パス CREO 処理は微細化の進行を重視して低温側で処理した場合に、微細化効果は本研究範囲で最大となることがわかった。

3.2.3.2.4　結晶粒径分布の変化

AZ61 押出材、CREO1 パス処理材(300 ℃-10 rpm-200 mm/min)、CREO2 パス処理材について、表層部、中間部（1/2R）および中心部の結晶粒分布を整理した。

棒材表層部の結晶粒径分布を Fig.3.2.21 に示した。押出棒材の結晶粒径は 5～35μm に分布し、最頻値は約 20μm であった。CREO 処理を 1 パス行う事によって 20μm を超える粒径が見られなくなるとともに、2.5μm 以下の微細な結晶粒比率が著しく増加した。CREO 処理による微細化効果により、粗大粒が微細化された際に、2.5μm 以下の微細粒に変化した可能性が高いことを示している。

CREO 処理を 2 パス行う事によって、7.5μm 以上の粒径分布は消失し、全ての結晶粒が 7.5μm 未満の領域に分布する事がわかった。1 パス CREO で残留した粗大粒を微細化した結果となったが、CREO 処理温度条件下における優先滑り面である(0001)面に交差した方向にひずみを付与したことによって、粗大粒が優先的にせん断ひずみによって微細化したと考えられる。

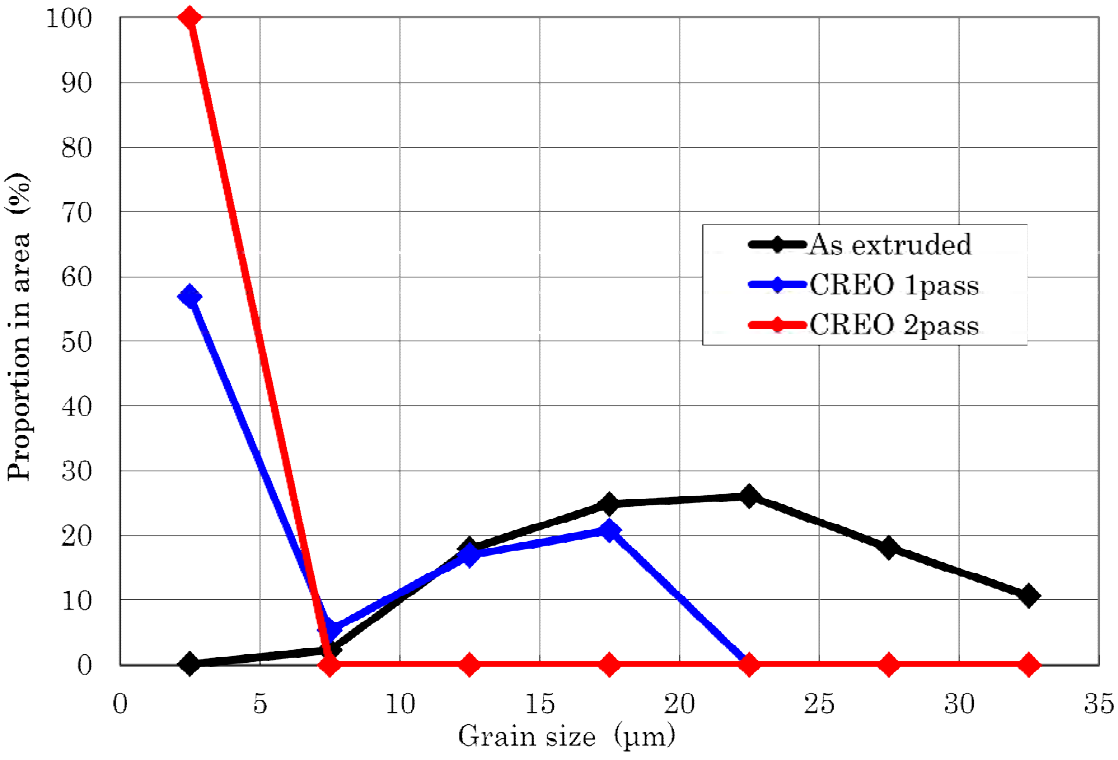


Fig.3.2.21　Grain size distribution at surface of rod

中間部においては Fig.3.2.22 に示したように、押出素材では 10～25μm の結晶粒径の分布が最頻値であった。CREO 処理 1 パスによって、この範囲の粒径が減少したものの、

表層部ほどの顕著な減少ではなかった。これは表層部に比較して付与されるせん断ひずみ量が減少していることから、微細化の程度が緩やかになったものと考えられる。

CREO 処理 2 パスにおいては、20μm 以上の粗大粒が殆ど消失していることがわかったが、表層部で見られるような 7.5μm 以上の粒径分布が消失するような現象は見られず、10μm 以上の粒径も僅かであるが残留していた。

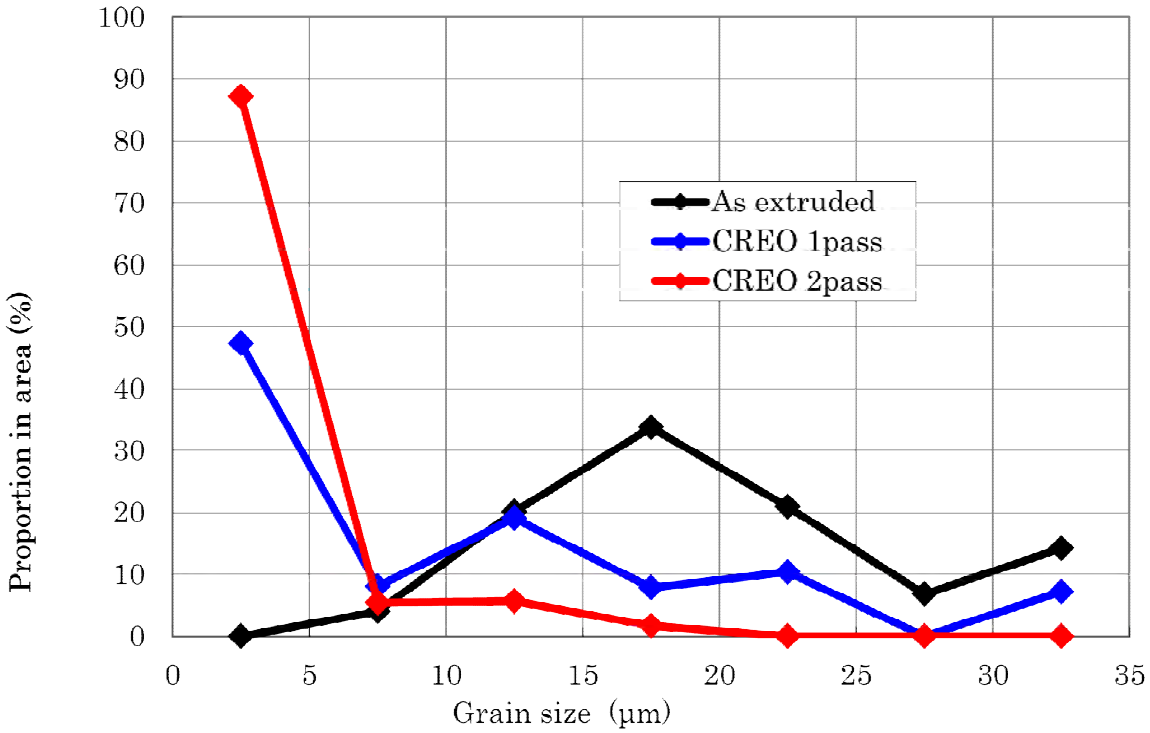


Fig.3.2.22　Grain size distribution at 1/2R of rod

中心部付近では Fig.3.2.23 に示したように、CREO 処理による微細化効果が更に低下して、粒径の最頻値が押出素材の約 17.5μm から CREO 処理 1 パスでは 12.5μm にシフトしたレベルであった。ただし 2.5μm レベルの微細粒の比率は増加してきており、CREO 処理の効果が見られる。光学顕微鏡写真の結果と併せて、中心部では押出素材の粗大粒の結晶粒界から微細化が開始され、ひずみ量不足により粗大粒の外周部を微細化した段階で処理が完了されてためと考えられる。

この微細化不足を補う意味で、CREO2 パスの効果は大きく、CREO2 パスでは 20μm 以上の粗大粒が減少して、微細粒比率が増加している。2 パス処理によって、特に大きな結晶粒の結晶粒界近傍が微細化されたものと考えられる。これも前述の光学顕微鏡で見られるように、素材の粗大粒の結晶粒界近傍から微細粒が発生して、捻りひずみ量の増加に伴って存在比率を増加している事と一致する。

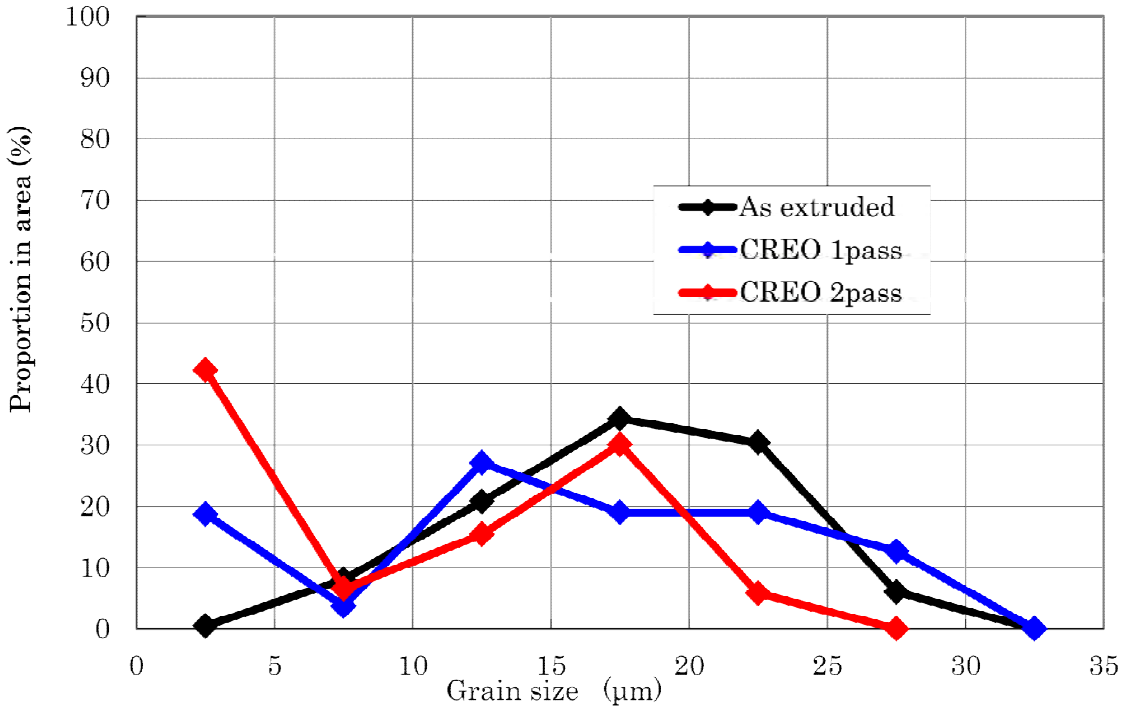


Fig.3.2.23　Grain size distribution at center of rod

CREO 処理によって、粗大粒の結晶粒界から微細化が開始され、粗大粒の減少分が微細粒の増加分に移行する事が推定できた。更に 5μm 以下の微細粒について、結晶粒径分布を調べた。Fig.3.2.24 に CREO 処理 1 パスおよび 2 パスについて、5μm 以下の粒径分布を示した。

表層部については、CREO 処理 1 パスと 2 パスの差は小さく、1.5μm に最頻値が見られ、分布曲線も非常に類似したものであった。表層部では 2 パスの効果は小さく、これは 1 パス目で既に微細化していた表層部の微細結晶粒領域では、CREO 処理 2 パス目で温度は下げているものの、結晶粒界滑りが発生するに十分な加熱条件であることから、付与したせん断ひずみが粒界滑りに消費されてしまい、更なる微細化には寄与しなかったものと思われる。

中間部においては、CREO2 パスの効果は若干大きくなった。これは中間層では、粗大粒から微細粒への変化もあるが、既に微細化した粒が粗大粒を取り囲んだ状態で存在するため、微細粒による結晶粒界滑り発生比率も多く存在することが考えられる。

中心部においては、微細粒比率が低いことから微細化効果が得られるものの、CREO 処理を 2 パス行っても、十分に微細化するレベルには至らず、1～2μm レベルの微細粒領域の増加までには至らなかった。

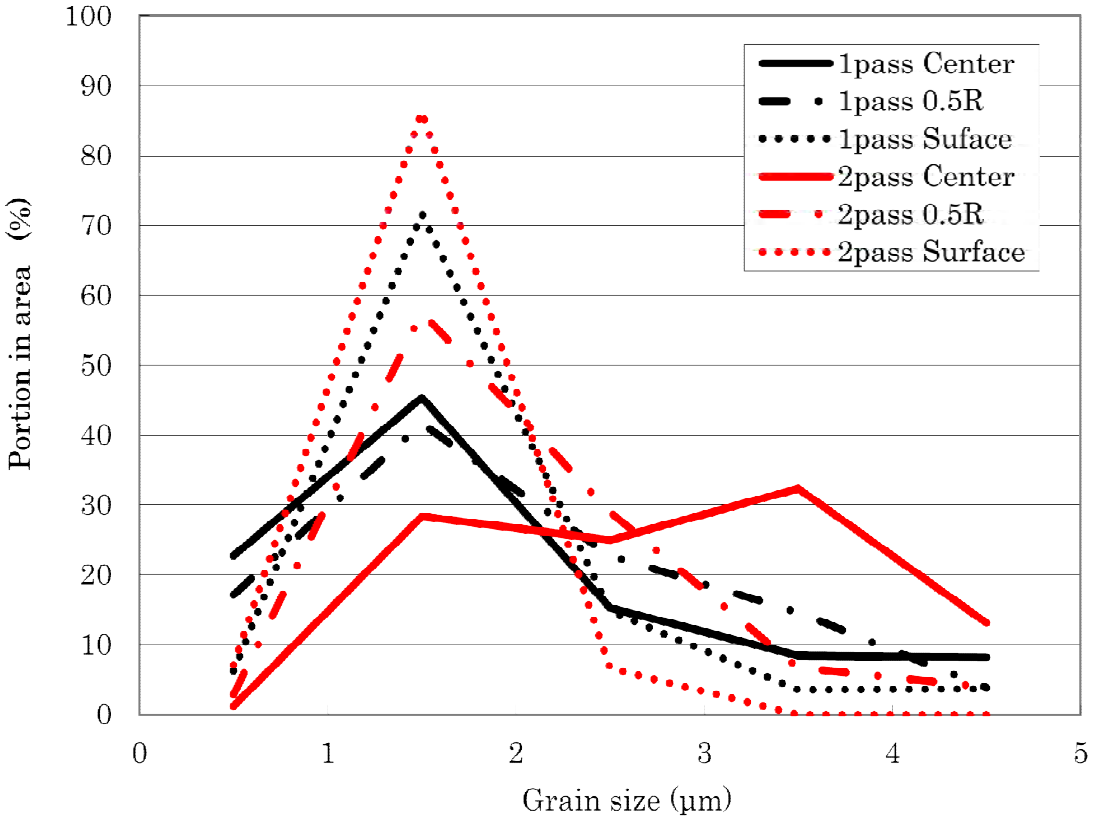


Fig.3.2.24 Grain boundary distribution in area below 5 μ m

3.2.3.2.5　結晶粒微細化に関する考察

(1)　微細化生成のメカニズム

CREO処理によるマグネシウム合金の結晶粒微細化は、結晶粒界を起点として粒内に微細領域が拡大する傾向を示した。これはマグネシウムにおける粒内のすべり面が底面のみであることから、粒界近傍の方が変形を受動しやすい状況にあることが原因であると考えられる。このため素材の結晶組織は微細であるほど、粒内中心部までに到達するのに必要なひずみ量が少なくて済むと推定できる。

結晶組織が等軸である原因については、最高温度でひずみが付与された後に、冷却までの時間で加熱保持され、再結晶したものと考えられる。すなわちひずみが加わった時点では、容易すべり面から転位が導入されて微細化（粒界が創製）された鋭角の結晶粒が、捻りひずみ付与後の熱エネルギーで等軸化したものと推定できる。

生成された結晶の粒界と温度依存性については、低温で CREO 処理を行った方が結晶粒径は微細化する傾向を示した。これは Z パラメータと相関を持つ傾向である。また低温・低 CREO-value 条件ほど粗大粒の島状の残留が観察される。低温であるほど付与できるひずみ量が小さいにもかかわらず結晶粒が微細化する原因として、

1，低温側の方が素材の変形能が低いことから、ひずみの緩和が進まず局所的に大きなひずみが付与されることが考えられる。

2，低温側ほど、捻りせん断ひずみ付与後に再結晶および結晶粒粗大化に寄与する熱エネルギーが小さくなることから粗大化が抑制されて、結果的に微細組織が得られるものと考えられる。

マグネシウム合金において、結晶粒界から数μmの領域で、粒界への応力集中によって非底面すべり面への交差すべりが活性化することが知られている。　数μm以下の微細組織においては、結晶粒径の小ささから交差すべりが粒界から結晶粒全体まで拡散することで結晶粒微細化が更に進行する[23)]。本研究において、CREO処理の大きなせん断ひずみ付与によって、押出材の粗大な結晶粒界から結晶粒微細化が始まっていたことが確認できたことから、CREO処理における微細化の進行に関して交差すべりの効果があるものと考えられる。

一方で CREO 処理の複数回処理第において、同一方向の複数回 CREO 処理では、蓄積された残留ひずみに同方向のひずみが加算されて破断限界に至ったものと考えられる。

逆方向の複数回 CREO 処理において、多くの捻りせん断ひずみが付与可能となった理由としては、バウシンガー効果と同様の考え方によった事が考えられる。

複数回の逆方向 CREO2 パス処理で微細化が進み、かつ 1 回目の CREO 処理で残留していた粗大粒が消失していることは、1 回目の CREO 処理で結晶粒界の生成核となる転位を多く導入出来ていることが推定できる。光学顕微鏡観察では観察困難であるが、粒内の転位が残留していることが考えられる。これにより逆方向の複数回 CREO において結晶傾角が大きくなり、結晶粒界になってものと思われる。すなわち第 1 回目の CREO 処理において、結晶粒界の生成核となる転位を多く導入出来ていることが推定できる。また同一方向の複数回 CREO 処理では、蓄積された残留ひずみに同方向のひずみが加算されて破断限界に至ったものと考えられる。

(2)　水冷条件と結晶粒径分布の関係に関する考察

CREO処理装置では加熱部の両端を水冷することにより局所的な加熱部を作り、せん断ひずみを付与している。マグネシウム合金の押出材は熱伝導率が他の合金系と比較して低くいことから、空冷によってもCREO処理は可能性について検証した。CREO処理の捻り変形付与は可能であったが、結晶粒径は水冷をかけた場合と比較して大幅に粗大化していた。

これは水冷のない状態ではCREO処理後、マグネシウムの再結晶温度以上である 200 ℃以上に長時間保持され、かつ捻り変形を付与された直後であるため動的再結晶も容易に生じる状況であることから、捻り変形直後は微細化していた結晶組織が再粗大化したことが推定できる。

(3)　複数回 CREO 処理による結晶粒微細化効果に関する考察

複数回処理によって結晶粒微細化が進行し、特に 1 パス CREO 処理において残留した粗大粒が 2 パス CREO 処理によって、微細化して均質化した。

これは 1 パス目に捻り方向に沿って粗大粒含む結晶粒の(0001)面が平行に並んだ状態の組織に対して、2 パス目では 1 パス目のファイバーフローに対して、直交もしくは近傍の交差する方向にひずみが付与されたことによって、特に粗大粒に対して効果的なせん断ひずみ付与状態が得られたものと考えられる。

しかしながら表層部および中間部については、CREO 処理 1 パスと 2 パスの差は小さくなった。これは 1 パス目で既に微細化していた表層部近傍の微細結晶粒領域において、

CREO 処理 2 パス目にて交差するせん断ひずみを付与しても、微細粒に結晶粒界滑りが発生しても、せん断ひずみが粒界滑りに消費されてしまい、更なる微細化には寄与しなかったものと思われる。

CREO 処理 2 パス目で温度を下げた 300℃条件の方が、微細化効果大となったのは、(0001)優先滑り面が活発に活動しにくい低温で処理したことが有効であったと考えられる。

3.2.3.3　結晶方位分布測定結果

3.2.3.3.1　押出材

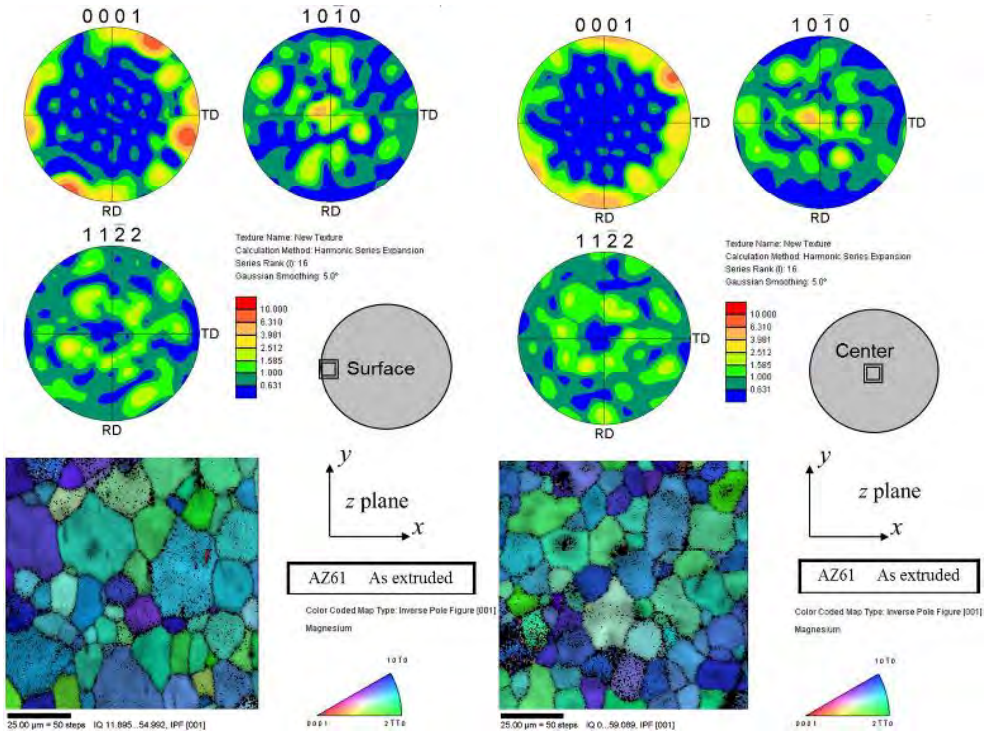
Fig.3.2.25 に押出材の正極点図および OIM 像を示す。表面層と中心部の結晶方位に顕著な差は見られず、大部分の結晶粒が押出方向に対して(0001)面が押出方向に集積した強い異方性を示した。(1010)および(1122)面は分散傾向を示した。

これは棒材製造において熱間押出を行う際に、容易すべり面である(0001)面が、押出方向に沿って平行に並んだものが原因であると思われる。この強い集合性のために、例えば切削加工で部品製造する際には軸方向と半径方向の機械的性質が大きく異なる事に繋がる。

結晶粒径は光学顕微鏡観察結果に同じく、表層側で若干大きくなる傾向を示した。

これは棒材製造において熱間押出を行う際に、容易すべり面である(0001)面が、押出方向に沿って平行に並んだものが原因であると思われる。この強い集合性のために、例えば切削加工で部品製造する際には軸方向と半径方向の機械的性質が大きく異なる事に繋がる。

結晶粒径は光学顕微鏡観察結果に同じく、表層側が中心部よりも若干大きくなる傾向を示した。これは押出加工時に発生した加工発熱により粗大化した可能性があると考えられる。



(a)　Surface area　　(b)　Center area

Fig.3.2.25　OIM result in cross section of extruded rod in cross section

3.2.3.3.2　CREO1 パス処理材

1 パスの CREO 処理における結晶方位および結晶組織の変化について、CREO 処理条件の温度および横移動速度をパラメータとして調べた。

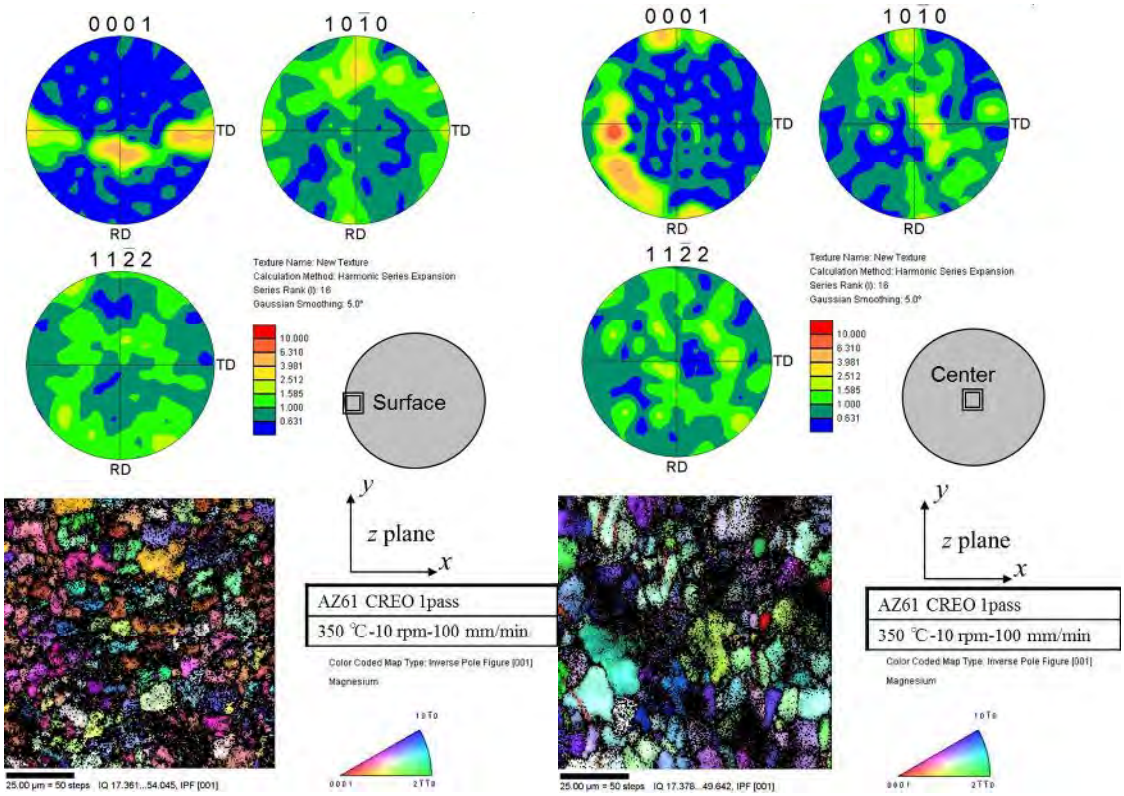
①【350 ℃-10 rpm-100 mm/min】

Fig3.2.26 に CREO 1 パス処理材(350 ℃-10 rpm-100 mm/min)の正極点図および OIM 像を示した。

表層部において、押出材の(0001)面の集合組織が捻り変形によって TD 方向に約 90°変位した。容易滑り面である底面すべり(0001)面が断面に平行に近い状態まで多く観察された。また(1010)面についても集合組織の変位が観察された。

一方、中心部においては、(0001)面が変位しているものの、その程度は小さく中心部への捻り変形の伝達程度が小さいことを示している。

結晶粒径は、光学顕微鏡組織に同じく、表層部では数 μm レベルの粒が主な均質組織となった。一方、中心部の結晶粒径は押出材に対して微細化されているものの、押出時の結晶粒が残存している状態であった。



(a)　Surface area　　(b)　Center area

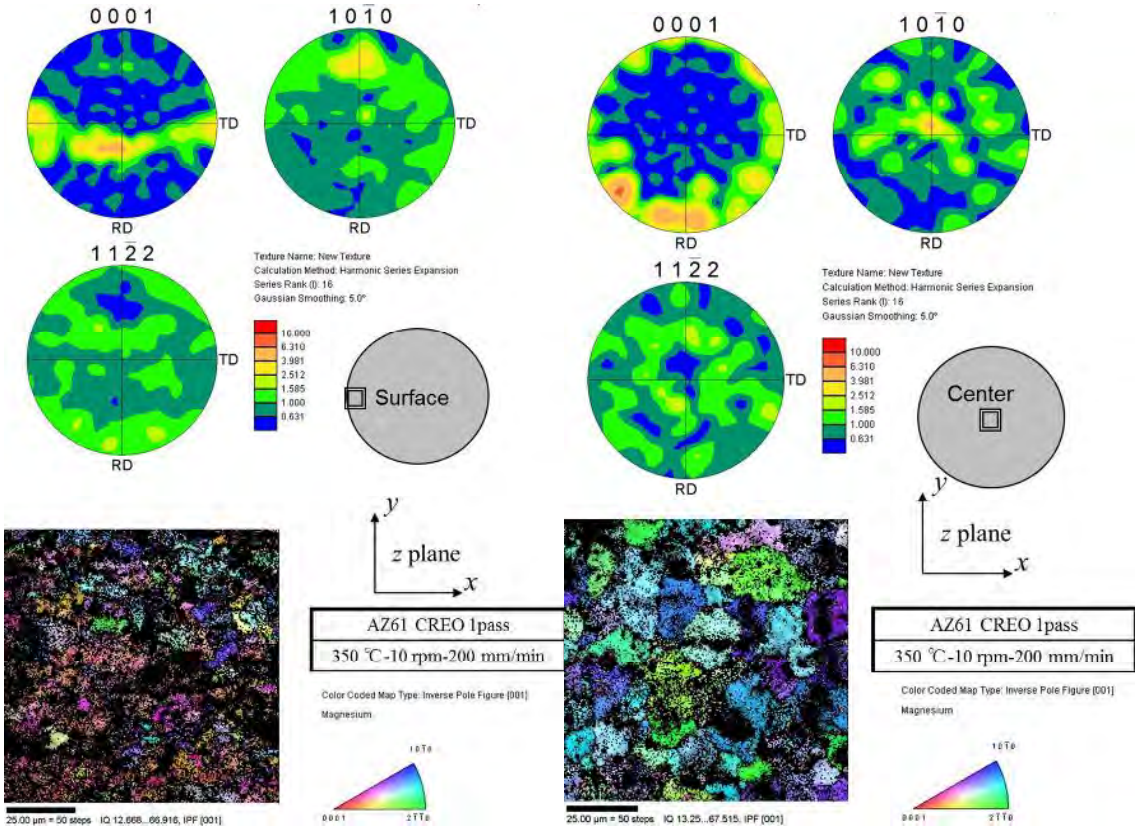
Fig.3.2.26　OIM result in cross section of CREO treatment rod 【350℃-10rpm-100mm/min】

②【350 ℃-10 rpm-200 mm/min】

CREO 処理条件の中で、横移動速度を 200mm/min に大きくした、すなわち捻りひずみ量を 50%に低下させた条件の試料についての正極点図および OIM 像を Fig.3.32 に示した。

表層部の結晶方位は、Fig.3.2.27 に示した【350 ℃-10 rpm-100 mm/min】条件に類似した結果となった。しかし中心部は押出素材の結晶方位に類似した結果となった。これは横移動速度を 2 倍に増加させた捻り変形量、すなわち CREO-Value が 50%まで低下した事によって、中心部まで捻り変形が伝播できなかったために、押出素材の集合組織が残留したものと考えられる。

結晶粒径の観察においても、横移動速度の増加に伴うね捻り変形量の減少によって、中心部に粗大粒が多く残留しており、中心部のひずみ量不足がわかる。



(a) Surface area (b) Center area

Fig.3.2.27 OIM result in cross section of CREO treatment rod 【350℃-10rpm-200mm/min】

③【300 ℃-10 rpm-200 mm/min】

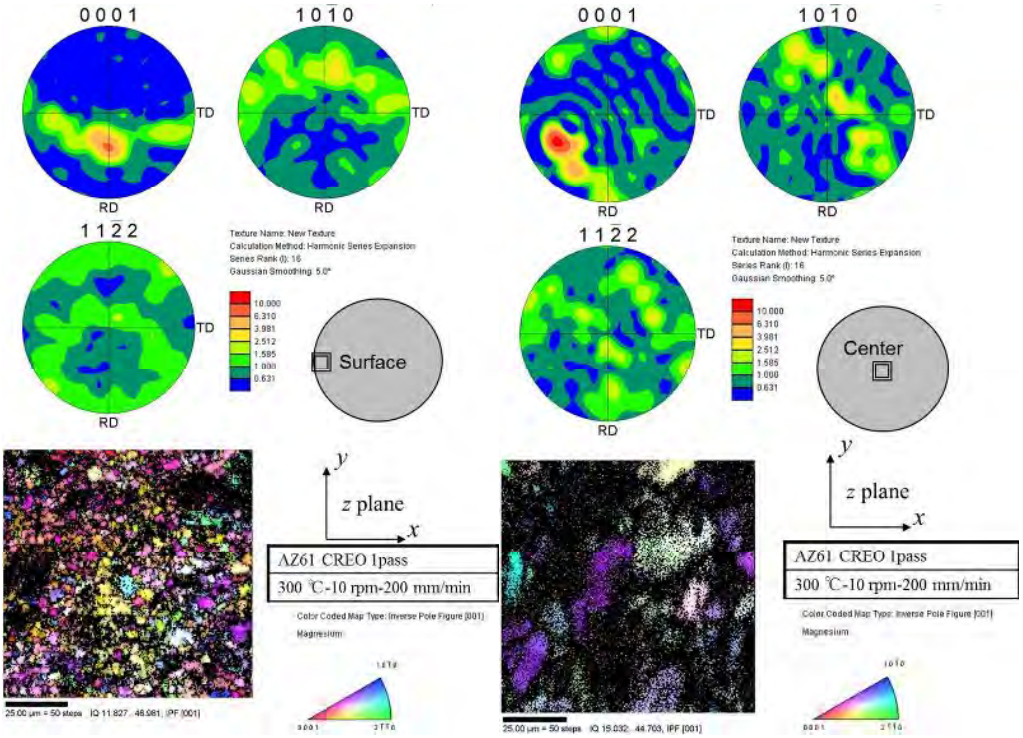
Fig.3.2.28 に示した【350 ℃-10 rpm-200 mm/min】の CREO 処理条件に対して、CREO 処理温度のみ 50℃低下させた CREO 処理条件【300 ℃-10 rpm-200 mm/min】の結晶方位および結晶粒径観察を行った。

表層部の結晶方位の温度依存性は観察されず、300℃と 350℃の CREO 処理では類似した結晶配向を示した。すなわち棒材長手方向に直交する断面に平行に近い方位で(0001)面が形成された。

中心部については CREO 処理温度による差が見られ、(0001)面が傾きを生じていた。これは付与した捻りひずみ量が同一の場合においても、処理温度が低下することで内部まで捻りひずみが伝播することを示している。

結晶粒径の観察結果において、表層部では 5μm 以下の微細粒の均一組織を示し、温度を 50℃低下させる事で大幅な結晶粒微細化された。SPD 法における結晶粒径の Z パラメータ依存性に従い、低温での強ひずみ付与ほど結晶粒の微細化できることがわかった。

中心部の結晶粒は粗大ではあったが、押出材および CREO 処理【350 ℃-10 rpm-200 mm/min】が等軸であったことに対して、低温化した CREO 処理条件【300 ℃-10 rpm-200 mm/min】においてはひずみにより細長く引き延ばされた粒形状となった。粒形状の変化からも、CREO 処理低温化による中心部へのひずみ伝播の効果が確認できた。



(a) Surface area (b) Center area

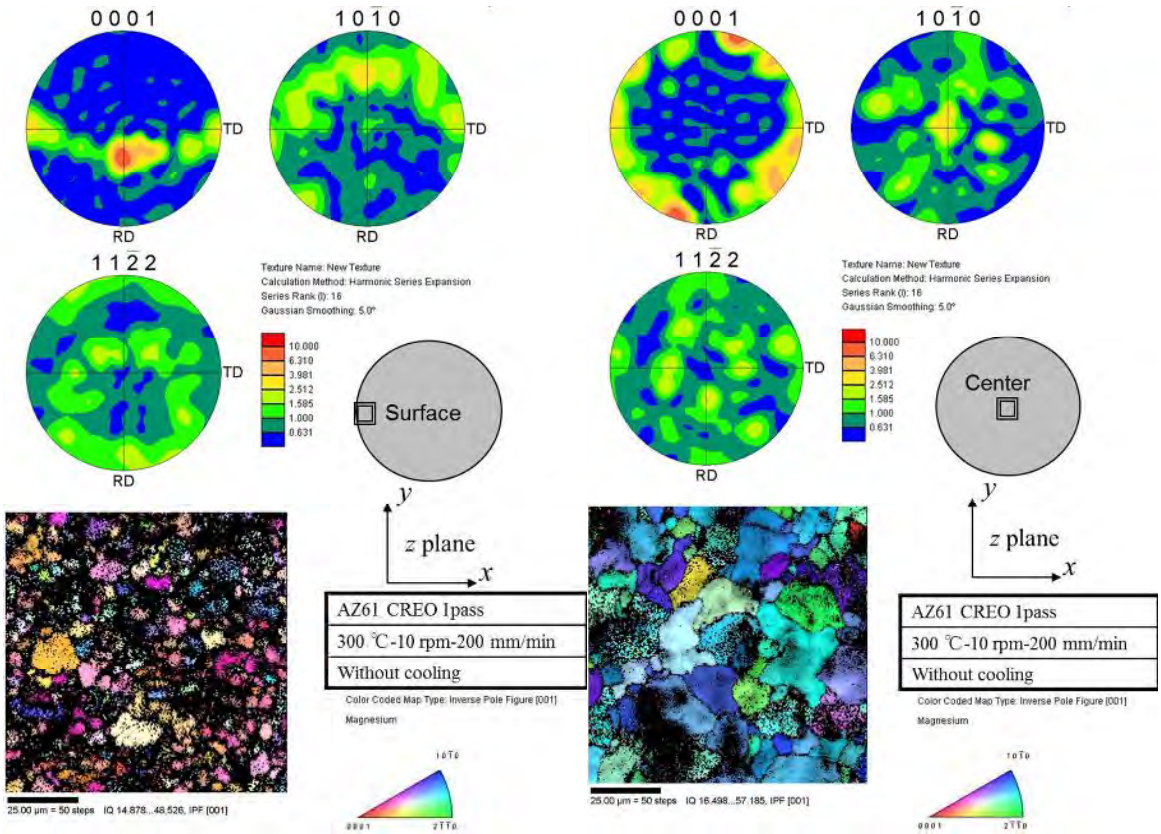
Fig.3.2.28 OIM result in cross section of CREO treatment rod 【300℃-10rpm-200mm/min】

(3)　CREO 水冷なし処理材

水冷を行わず空冷のみで局部加熱状態を形成した条件で CREO 処理を行った。Fig.3.2.29 に CREO 水冷無し加工材の正極点図および OIM 像を示す。表層部の集合組織に水冷有無の差は観察されなかった。しかし中心部においては水冷有りで観察された(0001)面の傾きは、水冷無しの条件では観察されず棒材長手押出方向に(0001)面が並んだ集合組織となった。

水冷無しにおいて加熱幅は拡大しており、付与された回転数は同じでも、ひずみを受ける領域が拡大したことから、単位体積あたりのひずみ量は大幅に低下している事が原因と考えられる。

結晶粒径は水冷をかけた場合と比較して大幅に粗大化していた。水冷の無い状態で CREO処理後に、マグネシウムの再結晶温度以上である200 ℃以上に長時間保持された事が原因と考えられる。



(a)　Surface area　　(b)　Center area

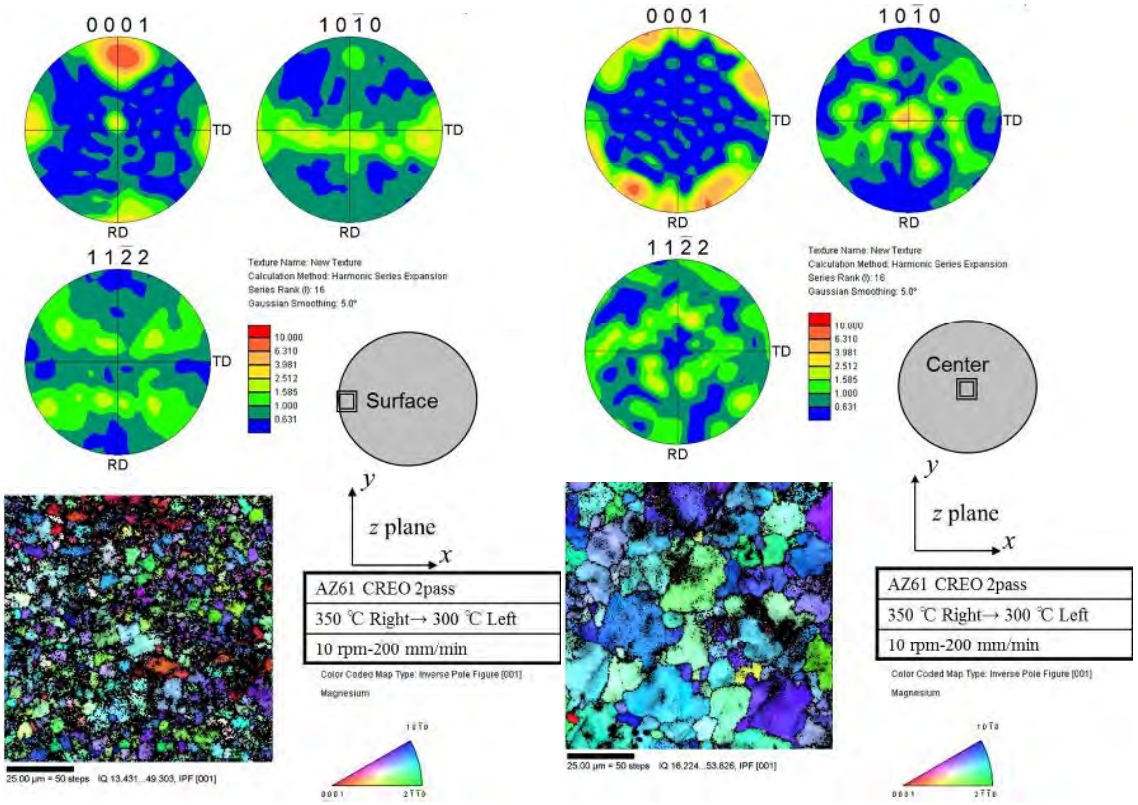
Fig.3.2.29　　OIM result in cross section of CREO treatment rod
【350℃-10rpm-200mm/min without cooling】

3.2.3.3.3　CREO 2 パス処理材

CREO 処理を性逆回転の 2 方向に付与することによる、結晶方位および結晶組織の変化を調べた。光学顕微鏡組織観察結果から微細化効果が最も大きく得られた CREO 処理条件である、CREO 処理 1pass 条件【350 ℃-10 rpm-200 mm/min】と逆回転の 2pass 目条件【300 ℃-10 rpm-200 mm/min】の組合せについて、EBSP によって結晶方位と結晶組織を観察した。2 回のパスにおいて、温度と回転方向は同一条件とした。

Fig.3.2.30 に CREO 2 パス処理材の正極点図および OIM 像を示した。表層部では 1 パス CREO で半径方向に変位していた結晶方位が、押出方向に類似した棒材長手押出方向に並んだ集合組織となった。結晶粒径は 5μm 以下に微細化された状態であり、結晶方位のみの制御が可能となっている。

中心部においては、付与されるひずみ量が少ないため、押出素材と 1 パスおよび 2 パスの各条件で大きな差は見られず、棒材長手押出方向に(0001)面が並んだ集合組織を示した。



(a)　Surface area　　(b)　Center area

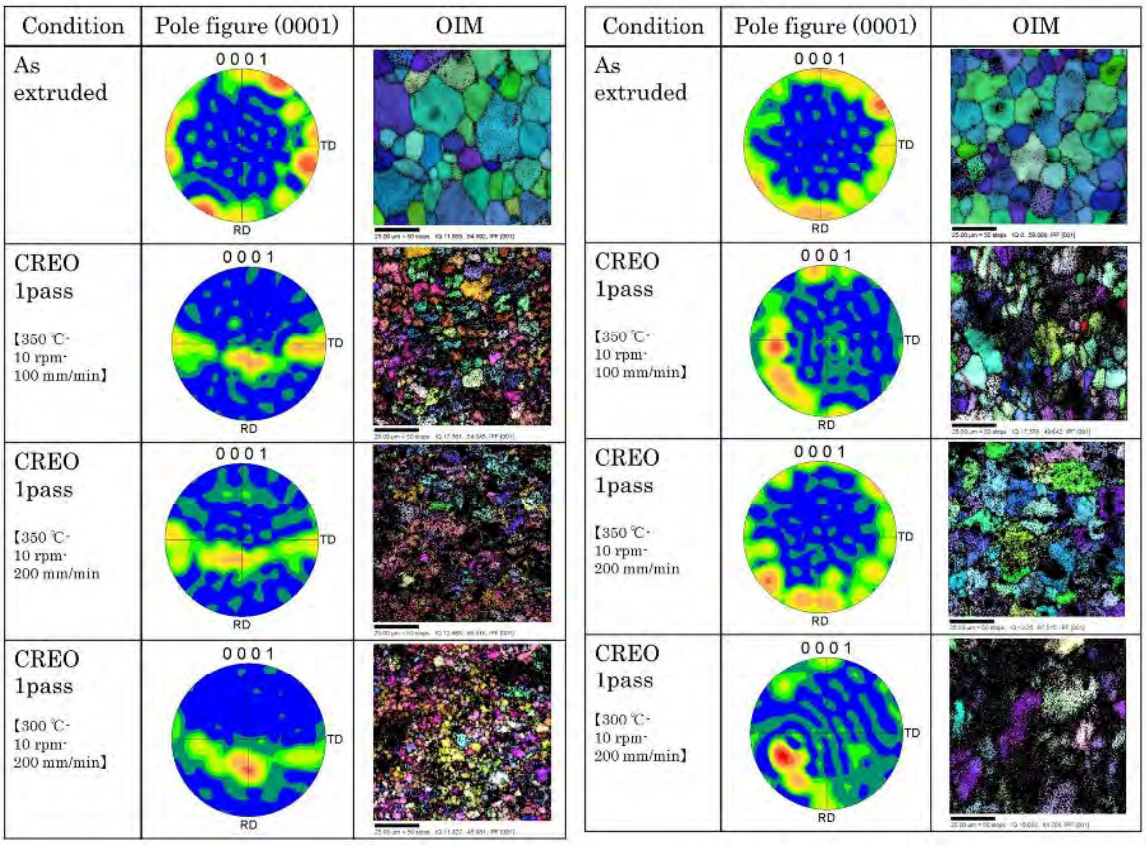
Fig.3.2.30　Pole figure and OIM result in cross section of CREO treatment rod 【350℃-10rpm-200mm/min and 300℃-10rpm-200mm/min】

3.2.3.3.4　結晶方位分布に関するまとめと考察

(1)　CREO処理条件と結晶方位分布の関係

マグネシウム合金押出材をCREO処理すると、軸方向に対して直交に近い方向にせん断変形を付与される。この角度は、回転数と送り速度の比、すなわちCREO-Valueにより決定される。同一回転数においても、捻り量は棒材半径が大きくなるにつれて増加し、また試料長軸方向及び試料半径方向に生じる温度勾配によってもせん断面の角度が変化してくるものと思われる。

Fig.3.2.31に、押出材および各CREO処理条件を付与した棒材の長手方向の直交断面について観察した正極点図とOIM像を一覧として整理した。



(a) Surface area　　(b) Center area

Fig.3.2.31　Pole figures and OIM results of 1 pass CREO on each condition

表層部（Fig.3.2.31(a)）では、押出素材において押出方向に(0001)面が並んだ集合組織が、CREO処理によって半径方向に変位した。同一温度で横移動速度を変化させても(0001)面の傾き量に差は見られなかった。しかし同一の回転数および横移動速度、すなわち同一のCREO-Valueに設定した場合には、集合性は強くなった。以上より、一定以上のせん断ひずみ量が付与された場合の集合組織は、ほぼ同一の傾きを示す事が分かる。

また結晶粒径を観察すると、温度が一定の場合には粒径の著しい差異は見られなかった。しかし350℃条件での比較において、微細化レベルはほぼ同一ではあるが、CREO-Valueが大きな【350℃-10rpm-100mm/min】の条件の方で粒界が明確に現れており、結晶の回転および再結晶が十分に進んでいると考えられた。CREO-Valueが50%と小さな【350℃-10rpm-200mm/min】のCREO条件では、サブグレインの比率が多いのではないかと考えられる。

以上より、塑性変形に十分なひずみ量が付与されて、結晶粒が微細化された後は、新たな結晶回転は生じずせん断ひずみに沿った粒界滑りによって塑性変形が生じており結晶方位および結晶組織の微細化は進行していないことがわかった。

一方、中心部（Fig.3.2.31(b)）については、350℃におけるCREO-Valueの違いにより、微細化の進行に差が見られた。これはひずみ量が微細化限界に必要な量以下の場合においての、付与されたひずみ量の差に比例して微細化の進行に差が生じたものと思われる。

CREO処理温度の差に関しては、低温化によって捻りひずみが内部まで進行する事が推定でき、中心部における結晶方位の傾きを生じたものと考えられる。

(2)水冷の有無による集合組織の変化

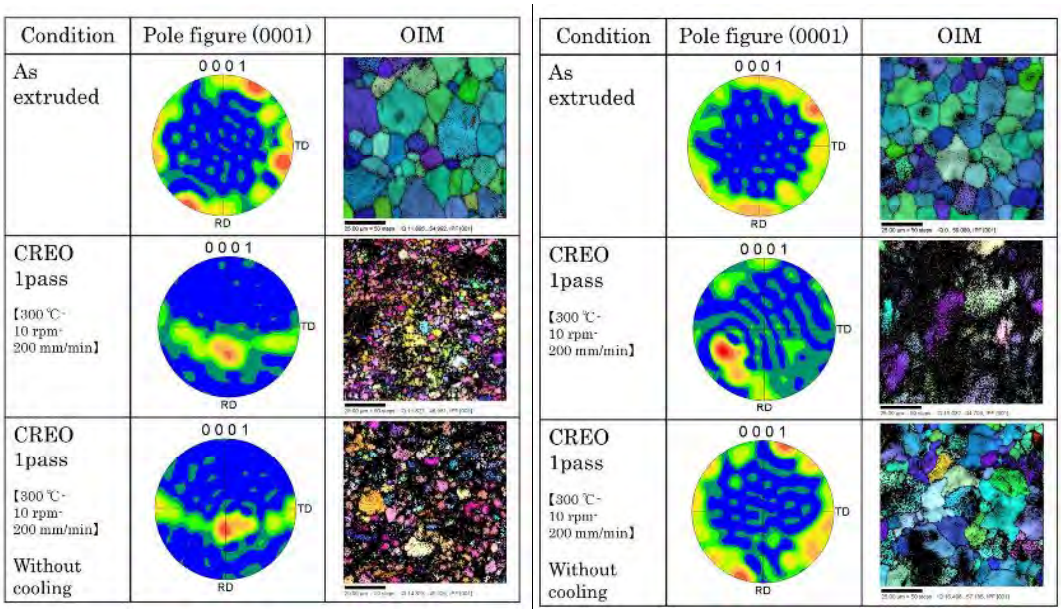
Fig.3.2.32に、押出材および水冷有無のCREO処理条件を付与した棒材について、直交断面の正極点図とOIM像を一覧として整理した。

CREO 処理材表層部の集合組織に水冷有無の差は観察されなかったが、中心部においては 水冷の有無によって(0001)面の傾きに差を生じ、水冷無しの条件では押出棒材類似の集合組織となった。

水冷無しによる加熱幅は拡大によって、単位体積あたりのひずみ量は大幅に低下し、特に中心部のひずみが非常に低くなったこと原因と考えられる。

結晶粒径は水冷をかけた場合と比較して大幅に粗大化していた。水冷の無い状態でCREO処理後に、マグネシウムの再結晶温度以上である200 ℃以上に長時間保持された事が原因と考えられる。

結晶粒微細化において、水冷の有無は極端な事例ではあるが、今後の更なる表層部のみならず中心部の微細化促進および結晶方位制御において、冷却能力向上に大きな効果があることが予想される。今後推進していく対象素材の大径化も含めて、CREO 処理装置の改良において冷却能力の向上は必須の課題になると思われる。



(a) Surface area (b) Center area

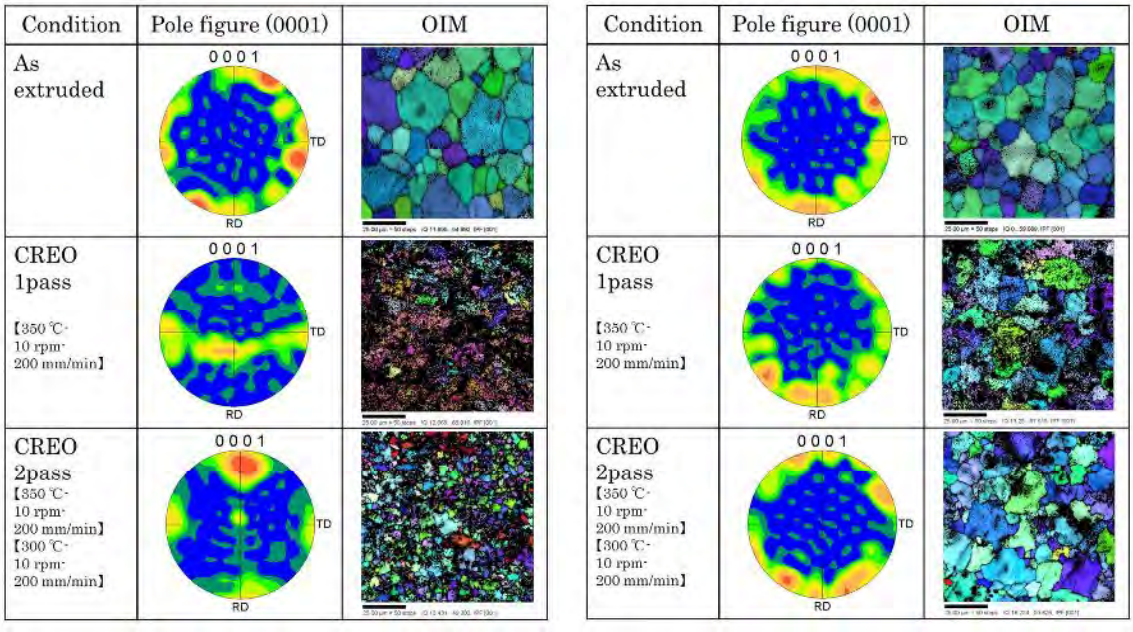
Fig.3.2.32 Pole figures and OIM images with cooling and without cooling condiution

(3)　CREO 2パス処理材の集合組織

CREO が 1 パスの場合と 2 パスの場合において、結晶粒微細化の程度によらず集合組織の傾きが変化することがわかった。Fig.3.2.33 に、各処理条件での表層部の正極点図および OIM 像を整理した。

1 パス CREO で半径方向に変位していた結晶方位が、同一 CREO-Value で逆回転の 2 パス処理によって、押出材に類似した集合組織となった。1 パス CREO によって傾いた(0001)面が逆回転のひずみ付与によって回転したものである。2 パス目が十分に大きなひずみ量であれば、半径方向に強い集合性を示す事が予想されるが、棒材長手方向に沿った集合組織を示している。このため同一の CREO-Value を逆回転に付与した際に、既に微細化された結晶組織の各粒界に対して付与される回転量が、半径方向集合組織形成には不足したため、結果として長手方向の集合組織が形成されたものと考えられる。

以上より、結晶粒微細化を十分に達成しつつ、特定の集合組織を必要とする際には、2パスのCREO処理を活用し、2パス目のCREO処理の条件を制御することで集合性をある程度制御できる可能性があることが分かった。



(a)　Surface area　　(b)　Center area

Fig.3.2.33　OIM result in cross section of CREO treatment rod at 350℃-10rpm-200mm/min without cooling

そこでCREO処理を2パス行った際のCREO-valueと結晶方位の関係を調べるために、2パス目のCREO-Valueを変化させて正極点図とOIM像を観察した結果をFig.3.2.34に

示した。

1パス目のCREO処理を350 ℃-10 rpm-200 mm/minで実施した後に、2パスCREO処理の捻り回転数を10 rpmと一定とし、送り速度をパラメータとして150、200、300 mm/minを選定した。Fig.3.2.34に(0001)極点図を示す。ともに送り速度が200 mm/minの場合と類似の集合組織が確認され、2パスの横移動速度が150mm/minで長手方向近傍に(0001)面の傾きを生じ、200mm/minになると、集合性が強まると若干ではあるが、長手方向への傾きが増加する傾向を示した。更に300mm/minまで横移動速度を大きくすると、(0001)面は棒材長手押出方向に沿った集合組織を示した。

以上のように、2パスCREOの組合せにより、結晶粒微細化を維持もしくは促進しながら、一定レベルの結晶方位の集合組織制御が可能であることを明らかに出来た。

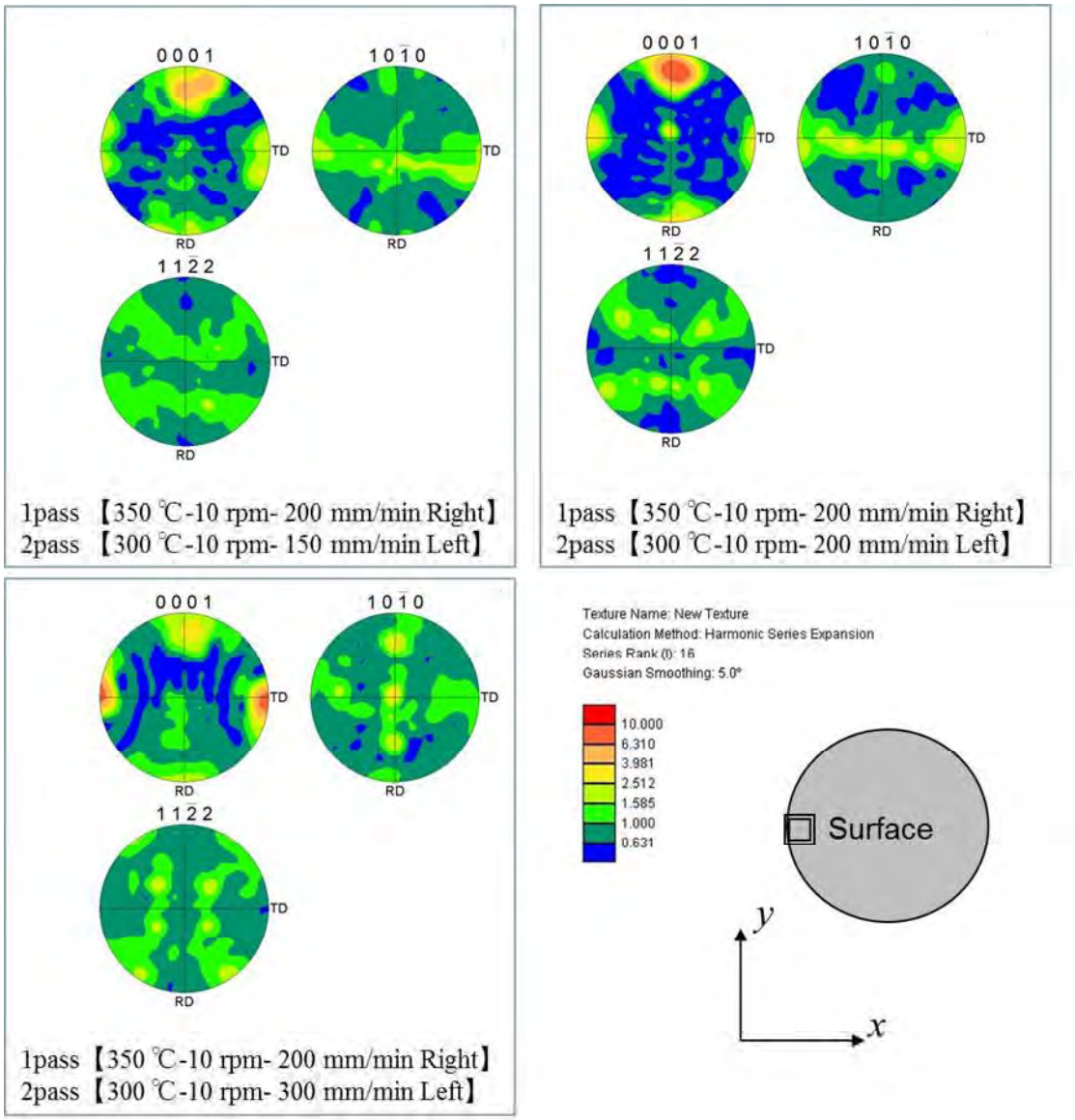


Fig.3.2.34　OIM result in cross section of CREO treatment rod at 2 pass condition

3.2.3.4　圧縮試験

3.2.3.4.1　室温圧縮特性

Fig.3.2.35 に AZ61 室温圧縮試験結果を示した。

押出材は、圧縮率 10 %では破断せず塑性変形可能であったが、15%の圧縮率では圧縮方向した軸方向に対して約 45°の角度で破断した。一方、CREO 1 パス処理材では、圧縮率 15 %でも破断することなく、均一に圧縮変形した。圧縮率 20 %で圧縮方向に対して、押出材に同じく軸方向に対して 45°の角度にクラックを生じて破断した。CREO 2 パス材は、圧縮率 10 %では破断しなかったが、圧縮率 15 %では押出材料に同じく軸方向に対して約 45°クラックを生じて破断した。

室温においても、CREO 処理により Mg 合金の室温での限界圧縮率が向上したが、CREO2 パス処理材では 押出材と同レベルの限界圧縮率となった。前章までで示した結晶組織観察結果から､最も結晶粒が細かい 2 パス CREO 材の限界圧縮率が 1 パス CREO 材に比較して低下していることから、1 パス CREO の室温での延性向上は、結晶粒微細化の効果ではないことが予想される。一方、結晶方位観察結果より、1 パス CREO 材においては、捻り変形付与によって、室温での滑り面である捻り面に沿って並んでいることが確認できており、その角度は軸に対して半径方向に近い斜め方向であった。このため室温での滑り面と､圧縮破断を生じる圧縮軸に対して斜め方向が一致したことにより、1 パス CREO 材において 15%まで圧縮延性が向上したものと考えられる。

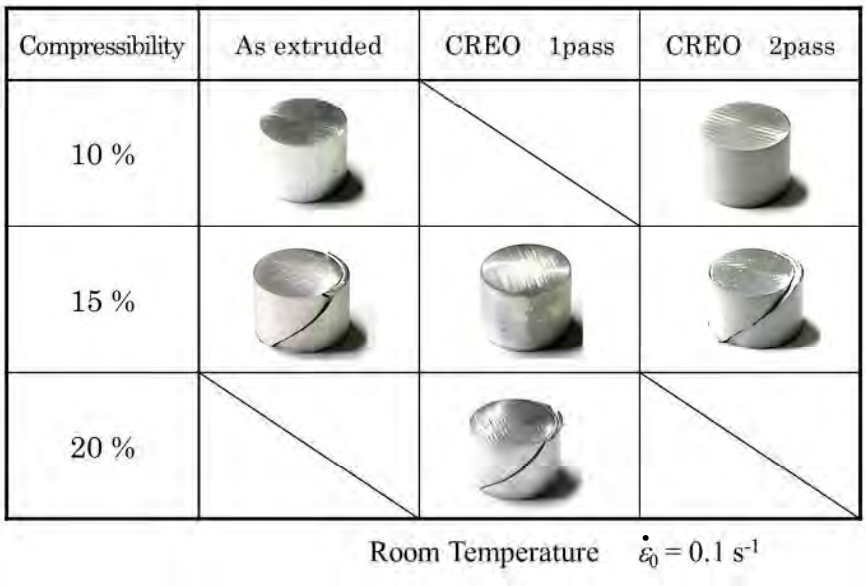


Fig.3.2.35　Appearance configuration of AZ61 compression test result at room temperature150℃

3.3.4.2　温間圧縮特性

(1)　圧縮成形性

Fig.3.2.36 に、圧縮試験温度 150 ℃における圧縮試結果を示した。

押出材は、圧縮率 20 %で圧縮方向と 45°に試料が破断した。一方、CREO1 パス処理材では圧縮率 20 %では破断することなく変形していたが、圧縮率 40 %で圧縮方向と 45°に試料が破断した。約 45°のクラックとは別に、試験片の上下端外周部に細かなクラックが多数発生じた。150℃レベルの加熱状態では延性が不足していることがわかる。

CREO 2 パス処理材では押出材と同様に圧縮率 20 %で圧縮方向と 45°にクラックを生じて破断した。以上の結果は、室温での圧縮試験結果と同等の結果であった。

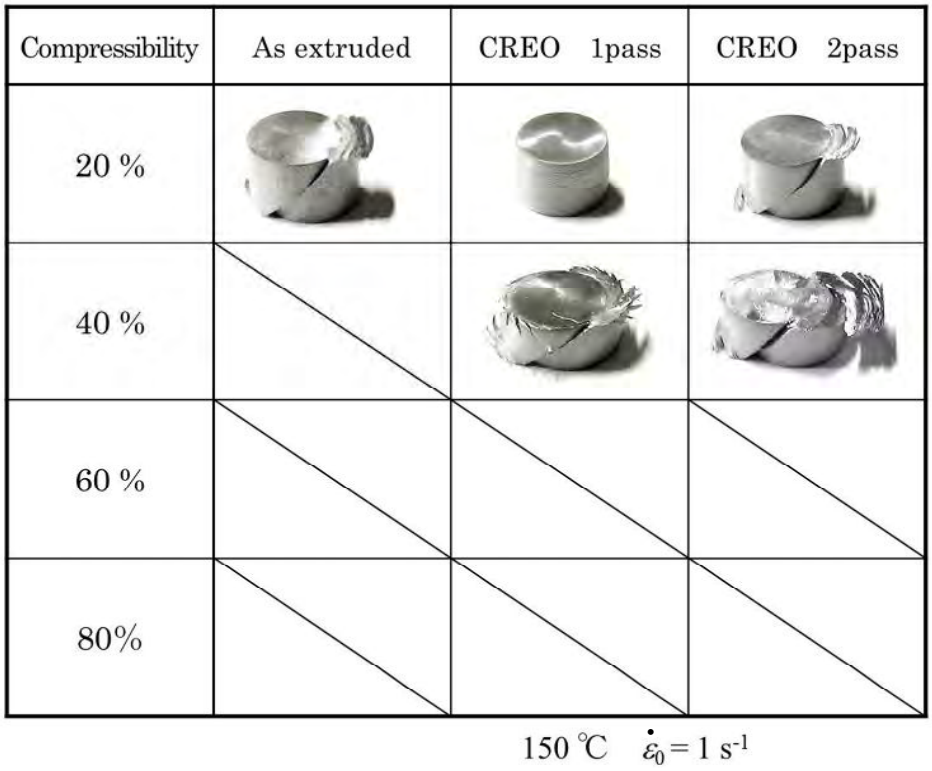


Fig.3.2.36　Appearance configuration of AZ61 compression test result at 150℃

試験温度を上げて、175℃での圧縮試験を行った結果を Fig.3.2.37 に示した。

押出材および 2 パス CREO 材は室温での結果に同じく、圧縮率 20 %では軸方向に対して約 45°に試料が破断した。一方、1 パス CREO 材では圧縮率 60 %まで圧縮可能であった。試料の端面から、斜め 45°方向に渦巻状に細かなクラックが発生したが、大きなクラック無く変形可能であった。圧縮率 80 %においては、側面にクラックが発生したが、

大割れというレベルではなく、延性不足ではあるもの脆性的な破壊とは言えない状態であった。

CREO 2 パス処理材では、押出材と同様に圧縮率 20 %で軸方向に対して約 45 °にクラックが発生した。しかし押出材および室温での圧縮試験に比較して、クラックは若干小さくなり延性が改善され始めていることが観察された。

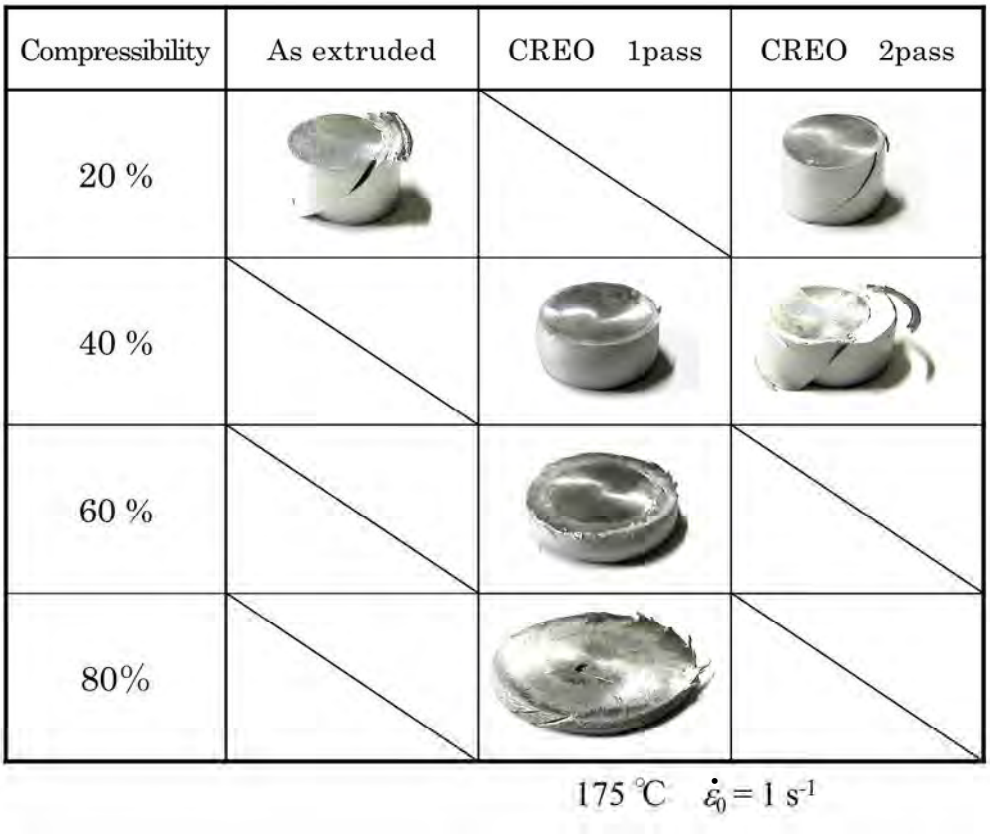


Fig.3.2.37 Appearance configuration of AZ61 compression test result at 175℃

更に圧縮試験温度を上げて、試験温度 200℃での圧縮試験を行った。試験結果を Fig.3.2.38 に示した。

押出材は、室温から 175℃までの圧縮試験結果に同じく、圧縮率 20 %で軸方向に対して約 45°にクラックを生じて脆性的に破壊した。

CREO 1パス処理材では、大幅に延性が向上し、圧縮率 80 %まで圧縮変形化であった。側面のみならず表面にも割れ等は見当たらなかった。試験片の側面のみならず試験片の上下端外周部にもクラック発生は観察されなかった。

CREO 2 パス処理材は、側面表面に一部小さなクラックが観察されるものの、圧縮率

80 %まで変形可能であった。また試験片の上下端外周部の微細クラックも観察されなかった。

以上の結果より、CREO 処理による圧縮延性向上は 200℃以上で実現できることがわかった。ただ 1 パス CREO 材で示された圧縮延性向上は、圧縮軸方向に対して(0001)面が約 45°に並んだ異方性により改善された可能性がある。

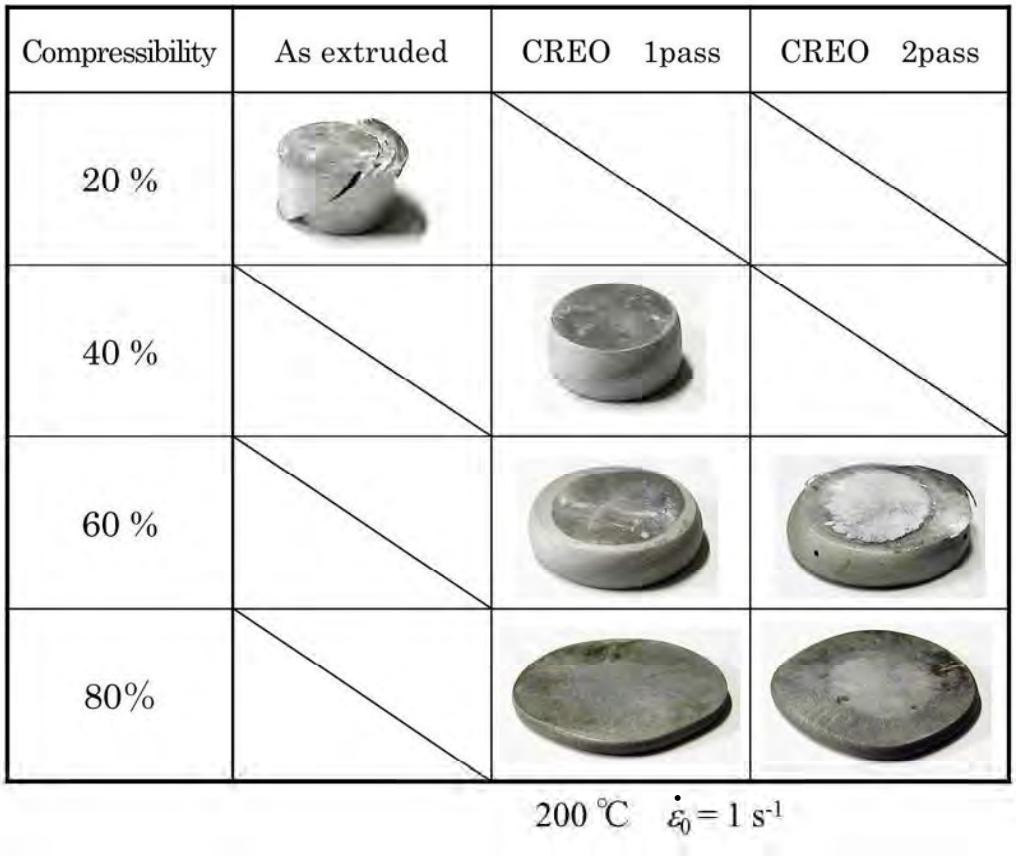


Fig.3.2.38 Appearance configuration of AZ61 compression test result at 200℃

(2) 圧縮変形中の流動応力曲線

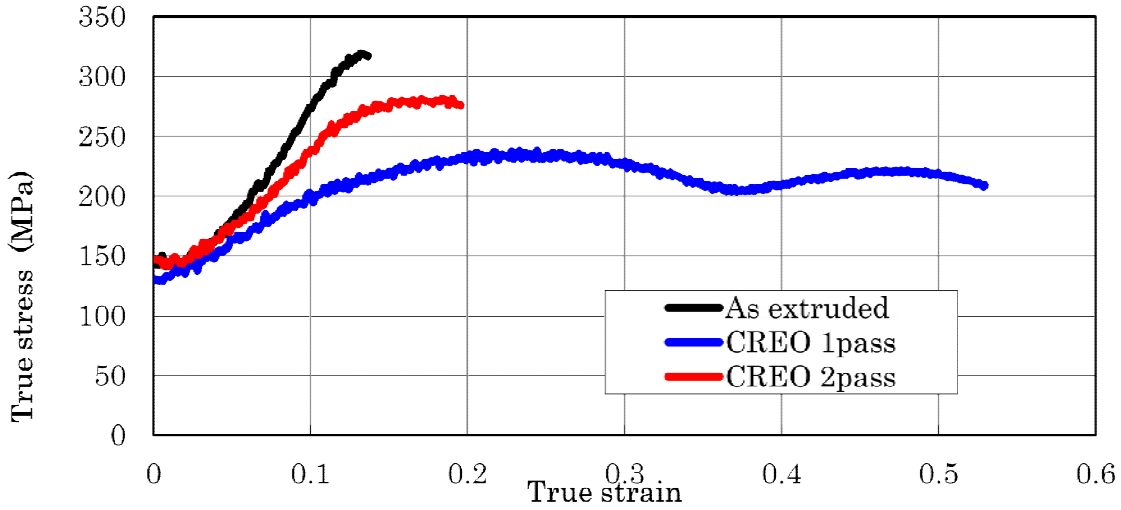
各試験温度における真ひずみ～真応力について調べた。ただし測定レンジの関係により、圧縮率で 25%程度までしか測定できていない。圧縮試験温度が 150℃の場合、Fig.3.2.39(a)示すように、真ひずみ 0.15～0.20 で最大応力となり、最大応力の値は【1 パス CREO 材→2 パス CREO 材→押出材】の順で高くなった。1 パス CREO 材の最大応力は、押出材に対して 56 MPa 低くなり約 15%低下した。最大ひずみ（延性）は、1 パス CREO 材が最も大きく、1 パス CREO 材、押出材の順となった。

圧縮試験温度が 175℃の場合の真応力-真ひずみ曲線を、Fig.3.2.39 (b)に示した。25℃の温度上昇に伴い、150 ℃の場合と比較して押出材は最大応力に差が見られなかった。CREO 処理材では、押出材に比較して 1 パスで約 7%、2 パスで約 11%の応力低下が見られた。2 パス CREO 材の延性が向上し、塑性真ひずみ量が約 0.2 以上においては加工軟化に伴う流動応力の低下が見られた。

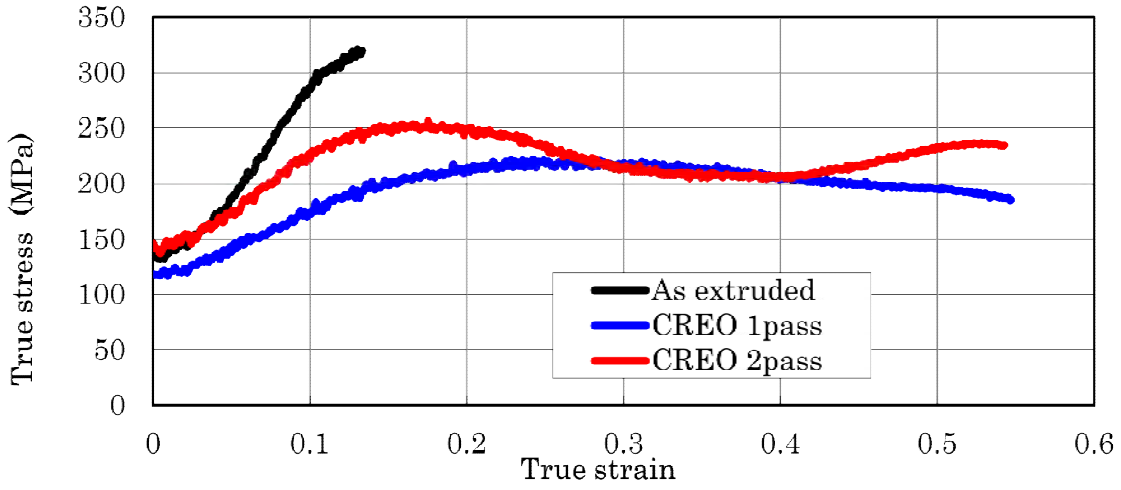
圧縮試験温度 200 ℃における真応力~真ひずみ曲線を、Fig.3.2.39 (b)に示した。200 ℃では 2 パス CREO 材の流動応力も低下した。175℃に比較して、押出材で約 14%、1 パス CREO 材で 12%、2 パス CREO 材で約 14%の最大応力が低下した。ただし押出材は 200℃において圧縮率 20%（真ひずみで約 0.22）において既に破断しており、グラフ上では応力データが存在するが、破断材の圧縮応力が生じている状態である。

高い延性を有する CREO 処理材の 1 パスと 2 パスを比較すると、1 パスでは最大応力のピークは真ひずみ 0.25 にあり、加工硬化は緩やかであった。一方、2 パスでは最大応力は真ひずみ 0.15 で示し、加工硬化した後に加工軟化する結晶粒微細化材に特徴に一致する応力変化を示した。

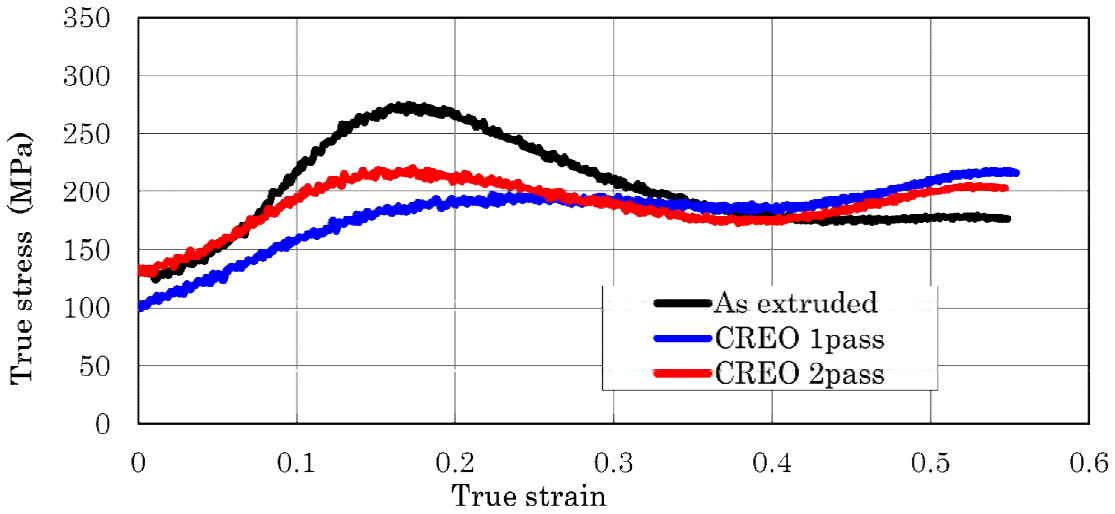
また、各圧縮試験温度において降伏応力は結晶粒度の小さい CREO 2 パス処理材が最大であった。これは結晶粒微細化により、降伏点強度が上昇し、塑性変形が進行するにつれて結晶方位が変化して、粒界滑り中心の塑性変形に移行する事で応力低下を生じたのではないかと考える。



(a) At 150℃



(b) At 175℃



(c) At 200℃

Fig.3.2.39 Compression load diagram of AZ61

(3) 圧縮変形後の結晶組織

Fig.3.2.40 に CREO 1 パス処理材の 80%圧縮試験後の光学顕微鏡写真を示した。Fig.3.2.13 に示した棒材段階での光学顕微鏡写真と比較して、中心部(a)については粗大粒内にひずみが付与されており、(b)部において傾向が顕著になり粗大粒内に新たな粒界が生じていることが観察できた。特に外周に近い(c)部に置いては棒材段階の粗大粒が圧縮変形によって細長く変形し、微細化が進行していることがわかった。

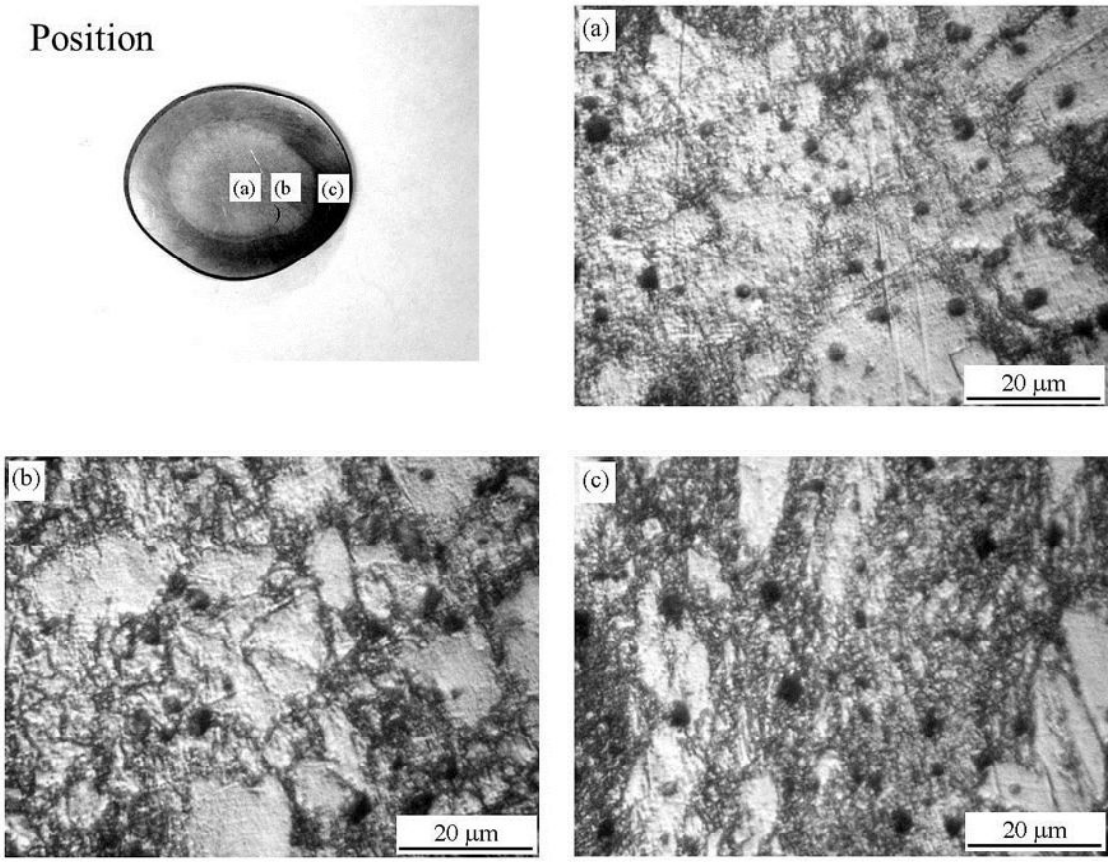


Fig.3.2.40　Optical microstructure of AZ61 after compression test at 200℃
【CREO condition : 300 -10 rpm-200 mm/min】

2 パス CREO 材の 200℃における 80%圧縮試験後の光学顕微鏡写真を Fig.3.2.41 に示した。中心部(a)においても顕著な微細化効果が観察されてきており、結晶粒界から生じる微細化のバンドが棒材段階に比較して大幅に拡大している事がわかった。1/2R の(b)部についても粗大粒が減少して微細化領域が拡大している事がわかった。一方、棒材段階から既に均質微細化されている外周の(c)部については、圧縮ひずみ付与においても変化は殆ど見られず、圧縮変形による微細化は粗大粒中心に付与されたものと考えられる。

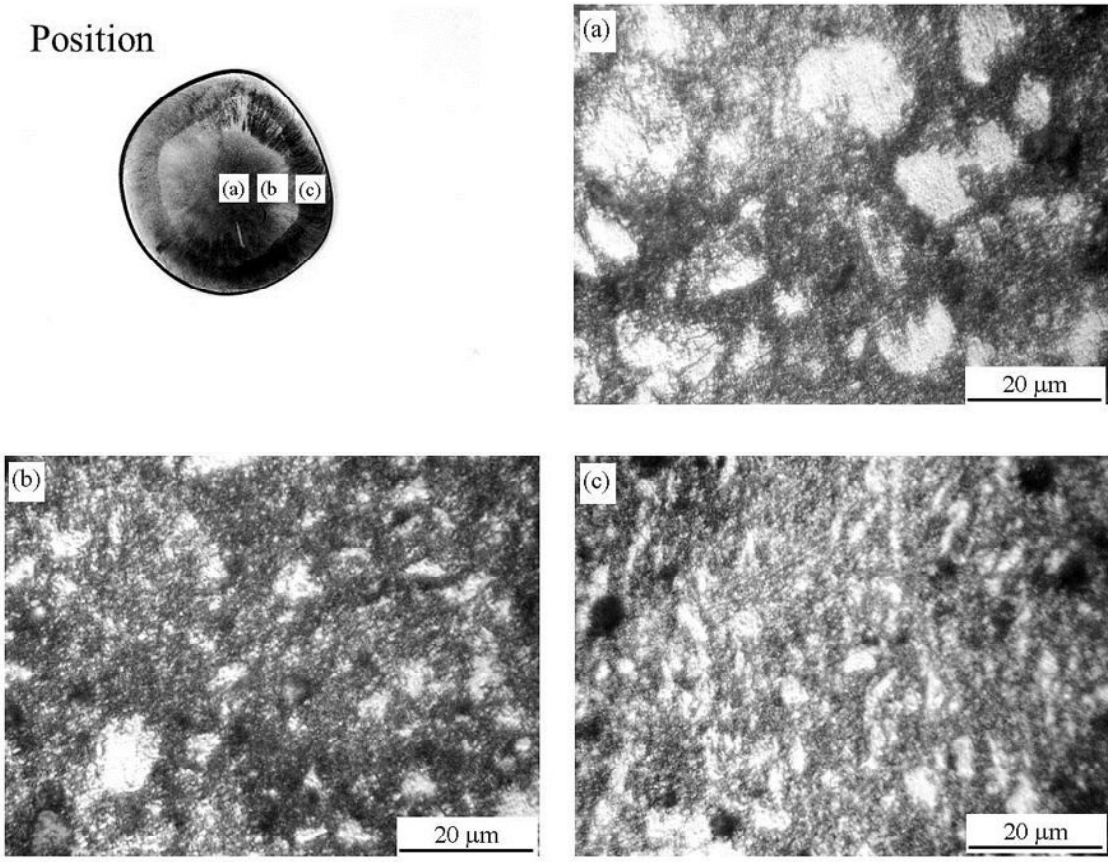


Fig.3.2.41 Optical microstructure of AZ61 after compression test at 200℃
【CREO condition : 350 -10 rpm-200 mm/min and 300 -10 rpm-200 mm/min】

以上の圧縮後光学顕微鏡組織観察結果より、マグネシウムの一般的な鍛造温度である330℃以上に比較して、CREO 処理によって大幅な低温化を図った 200℃における鍛造加工によって、棒材 CREO 処理段階で残留した粗大粒が微細化する傾向が見られた。特に 2 パス CREO 材において、粗大粒の微細化傾向は顕著になっていることがわかった。

CREO 処理後に、微細化によって低温化した温度での恒温鍛造によって、更なる結晶粒微細化が促進できる可能性があることがわかった。微細化材と恒温鍛造との組合せによる形状創成だけでなく更なる特性向上も視野に入れることが可能となる。

3.2.3.4.3. CREO処理による微細組織と塑性加工性に関する考察

(1) 室温圧縮特性と微細組織の関係

室温圧縮試験の結果、1パスCREO 処理材では室温での限界圧縮率が向上したが、2パスCREO材では押出材と同等であり圧縮特性向上は見られなかった。圧縮特性向上の原因として、結晶粒微細化と結晶方位が考えられる。結晶粒微細化による圧縮特性向上の要因として、温間域における結晶粒界すべりによるものと、微細粒によるひずみ分散が考えられる。今回のCREO処理後の結晶組織観察において、CREO処理パス回数が多い方が微細であることが確認できている。このため1パスCREO処理材における室温圧縮特性向上は結晶粒微細化のみによるものではないと考えられる。

このため室温圧縮特性の向上は、結晶方位が原因ではないかと考えられた。CREO処理を1パス付与する事で、常温での滑り面である(0001)面が半径方向に近い方向、すなわち棒材軸方向から半径方向にシフトした斜めの螺旋状集合組織を形成した。この(0001)集合組織が圧縮変形においてクラック発生する側面斜め方向に近い方位で並んだ状態となったため、室温での延性が向上したものと考えられる。(0001)集合組織と圧縮特性向上のメカニズムについて、Fig.3.2.42に模式図を示した。円柱素材の圧縮において、圧縮軸に対して45°の面でせん断応力は最大となり、CREO 1パス処理材では最大せん断応力面医近い方位に容易すべり面である(0001)面が並ぶことにより延性向上したものと考えられる。

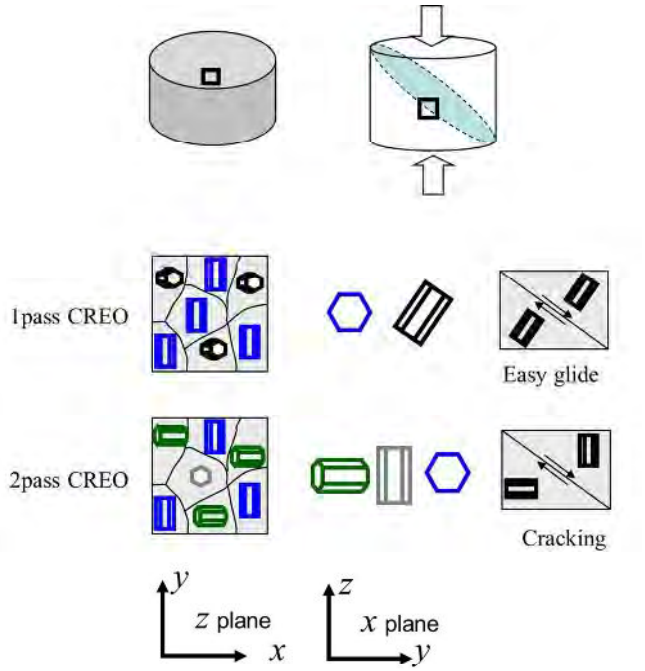


Fig.3.2.42 Relationship image between compaction ability and crystal orientation being depending on CREO pass number

一方、押出材およびCREO 2パス処理材の集合組織は圧縮方向に並行もすくは垂直であることから、容易すべり面(0001)面による高い変形能を活用する事が出来なかった。このため最大せん断応力面で脆性的に破壊が起こったものと思われる。

(2)　温間圧縮特性と微細組織の関係

圧縮試験温度150 ℃～175 ℃においては、1パスCREO材のみが高延性を示し、室温圧縮特性と同様の傾向を示した。この温度における圧縮特性の傾向は室温での圧縮試験の場合と同様の考え方で説明できる。すなわち175 ℃以下では結晶粒微細化のみで塑性加工性を向上させることが難しく、塑性加工性は(0001)面集合組織の影響を強く受けると考えられる。

圧縮試験温度が200 ℃においては押出材が20 %で破断しているのに対し、CREO処理材では1パス2パス処理材ともに80 %まで圧縮可能であった。従って、200 ℃においては結晶粒の微細化効果により圧縮特性が向上したものと考えられる。

すべり系に乏しいマグネシウム合金においては、粒界滑りに必要な温度域に達すると粒界すべりの塑性変形への寄与が大きくなり、結晶粒が微細であるほどその効果は大きくなる。[23]

本研究において、CREO処理の大きなせん断ひずみ付与によって、押出材の粗大な結晶粒界から結晶粒微細化が始まっており、かつ圧縮変形後の組織観察でも同様の粗大粒結晶粒界からの微細化進行が確認できた。

3.2.4　結　　言

本研究では、Mg 合金に CREO 処理を行い、その微細組織や結晶方位分布、およびそれらと塑性加工性との関係を評価することにより、以下の知見を得た。

1) CREO 処理により、マグネシウム合金の結晶粒微細化の連続処理が可能となった。
2) CREO 処理により形成された微細化領域と CREO 処理前押出組織の境界は、すり鉢形状を形成し、半径方向の中心部には未処理領域が残留した。残留部の径は、CREO-value が大ほど小さくなったが、本研究の実験範囲では消失不可であった。
3) 低温 CREO 処理が低いほど微細化が進み、今回実験範囲の最低 CREO 処理温度 300 ℃の試料表層部で平均結晶粒径 1.5 μm が達成された。
4) 複数回 CREO 処理によって、1pass 処理後の残留粗大粒を微細化できることがわかった。
5) CREO 処理により、棒材の半径方向側に(0001)面に傾いた集合組織を形成することが出来た。
6) 2pass 目の CREO 処理を 1pass の逆方向にすること、(0001)面が押出材と類似の棒材長手方向に並んだ集合組織となった。
7) 1passCREO 処理によって、室温での限界圧縮率が向上することがわかった。一方、 2 パス CREO 処理材は。1 パス処理材より限界圧縮率が低下し、押出材と同等であった。これは 1pass において、圧縮変形のすべり面に(0001)面が並ぶことが原因と考えられる。
8) CREO 処理により、温間域で表面に割れを生じることなく圧縮率 80 %で圧縮変形可能であった。圧縮変形応力についても大幅に減少することができることがわかった。
9) CREO 処理後に、微細化によって低温化した温度での恒温鍛造によって、残留した粗大粒が消失する効果が確認できた。ただし温間恒温鍛造による更なる微細化は、既に微細化された組織には効果が見られなかった。

以上を総括して、CREO 処理で連続的な結晶粒微細化が可能であり、微細化材と恒温鍛造との組合せにより、塑性加工による形状創成だけでなく、製品の更なる特性向上も可能であることがわかった。

【参考文献】

1) 日本マグネシウム協会　マグネシウム技術便覧　p411-428

2) 小島 陽、井藤　忠男　マグネシウム合金の製造と応用　p7-10

3) 神戸　洋史
“マグネシウム合金の自動車部品への適用”
第 250 回塑性加工シンポジウム(2008)　p59-66

4) 山下　友一
“マグネシウム世界の動向－世界の技術開発プロジェクトから見る技術動向”
第 252 回塑性加工シンポジウム(2008)　p9-16

5) 日本金属学会編：改訂６版金属便覧, (2000), 573.

6) 日本マグネシウム協会　マグネシウム技術便覧　p105-118

9) 矢野経済研究所
2001 年度版マグネシウム成形市場の現状と将来展望, (2001), 11-16.

11) 鎌土　重晴、小嶋　陽
“マグネシウム合金とその加工プロセス”
塑性と加工（日本塑性加工学会誌）第 44 巻　第 504 号 (2003－1)　p3-9

12) 堀田善治、古川　稔、Terence G. Langdon、根本　實
“新しい組織制御法としての ECAP”
まてりあ　第 37 巻　第 9 号(1998)

13) K.Neishi , T.Uchida , A.Yamauchi , K.Nakamura , Z.Horita , T.G.Langdon
“Low-temperature superplasticity in a Cu-Zn-Sn alloy prpcessed by severe plastic deformation”
Material Science and Engineering A307 (2001) 23-28

14) K.Neishi , T.Uchida , A.Yamauchi , K.Nakamura , Z.Horita and　T.G.Langdon
“Attaining low-temperature superplasticity in a Cu-Zn-Sn alloy Using Equal-Channel Angular prpcess”
PRCIM4 (2001) 2011-2014

15) Genki Sakai , Katsuaki Nakamura , Zenji Horita , Terence G.Langdon
“Developing high-pressure torsion for use with bulk samples”
Material Science and Engineering A406 (2005) 268-273

16) Genki Sakai , Katsuaki Nakamura , Zenji Horita , and Terence G.Langdon
“ Application of High Pressure Torsion to Bulk Samples ”
Material Science Forum Vols. 503-504 (January 2006)pp.391-396
17) 森永　正彦、古原　忠、戸田　祐之
“金属材料の加工と組織（共立出版）”ｐ137
18) 中村　克昭, 根石　浩司, 金子　賢治、中垣　通彦、堀田　善治
“強ひずみ高速連続加工プロセス“ＳＴＳＰ”の開発“
日本金属学会秋季講演概要, (2003)
19) Katsuaki Nakamura,Koji Neishi,Kenji Kaneko, Michihiko Nakagaki and Zenji Horita
“ Development of Severe Torsion Straining Process for Rapid Continuous Grain Refinement ”
Materials Transactions,45(2004)3338
20) 恵美 直貴、宮原　勇一、根石　浩司、中村　克昭、金子　賢治、中垣　道彦、堀田　善治
“ 強ひずみ拘束連続加工プロセス ”STSP によるマグネシウム合金の微細組織制御 ”
第 55 回塑性加工連合講演会(2004)　ｐ397-398
21) 中村　克昭、恵美 直貴、根石　浩司、宮原　勇一、金子　賢治、中垣　道彦、堀田　善治
“ STSP により結晶粒微細化したマグネシウム合金の恒温圧縮特性 ”
塑性加工春季講演会(2005)　p303-304
21) 中村　克昭、宮原　勇一、根石　浩司
“ STSP による結晶粒微細化 Mg 合金の恒温圧縮特性の検討 ”
第 56 回塑性加工連合講演会(2005)　ｐ107-108
22) 宮原　勇一、根石　浩司、中村　克昭
“ STSP 加工した Mg 合金における温間圧縮特性のひずみ速度依存性 ”
第 56 回塑性加工連合講演会(2005)　ｐ109-110
23) 小林　孝幸、小池淳一、吉田　雄、鎌土重晴、鈴木真由美、丸山公一、小島　陽
“ AZ31 マグネシウム合金での活動すべり系の粒界依存性 ”
日本金属学会誌，67 (2003), 149.

第4章 結晶粒微細化マグネシウム合金の恒温塑性加工

前章において CREO 処理を用いた微細化による塑性変形荷重の低減および延性向上、集合組織制御による延性向上を達成すると共に、加工後の特性を大幅に向上させる可能性を見出した。[1)~10)]

そこで本章では CREO 処理によって結晶粒微細化および集合組織制御したマグネシウム合金を対象として、高強度で複雑・高精度の鍛造部品を実現すべく、押出鍛造法を基本とした恒温鍛造研究開発を行った。押出鍛造法は、以下の点に着目して研究を進めた。

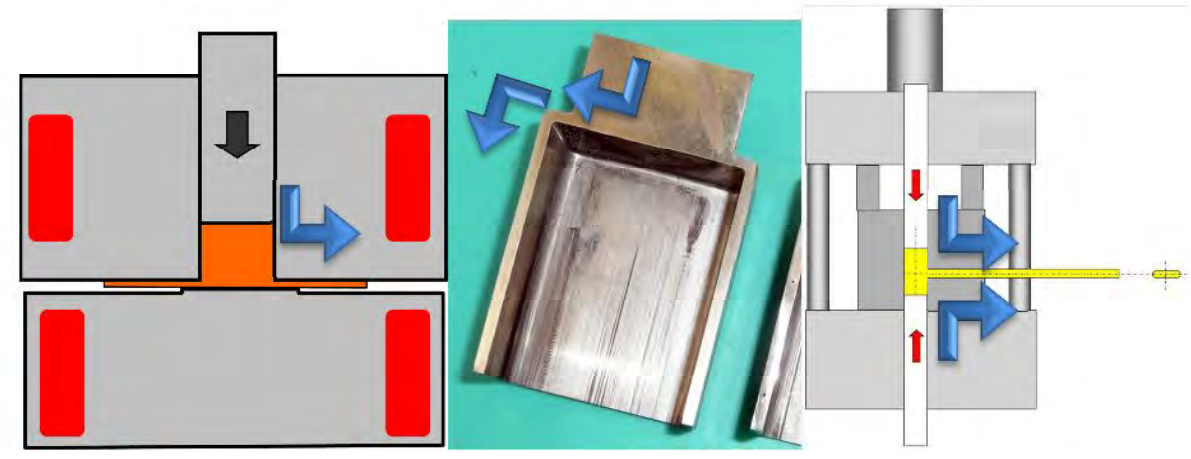
①CREO 処理による結晶粒微細化の効果である、低温での延性を活用した大変形の鍛造加工を実現する。

②押出鍛造により、低温で大きなせん断ひずみを付与し、更なる微細化と特性向上をはかる。

③小口径棒材から大サイズの中空・板材の成形品を得る。

このことにより棒材に限定される CREO 処理の制約を緩和させることが可能となる。

具体的な加工法として、Fig.4.1 に示した【拡張押出】【角筒押出】【板押出】を考案した。図中に青色の矢印で示したように鍛造工程中に大きなせん断変形を付与する事が可能な鍛造法であり、全て丸棒からの成形を可能としている。



(a) Expansion extrusion (b) Square tube extrusion (c) Lateral sheet extrusion

Fig.4.1 General pictures of extrusion forging

CREO 処理を用いて結晶粒微細化したマグネシウム合金 AZ61 を使用して、各押出加工法の研究を進めた。

【拡張押出】では、結晶粒微細化によって鍛造温度を下げ、200℃にて丸棒から円盤状に拡張押出する加工法“拡張押出”を試み、結晶組織変化を調べた。

また拡張押出をベースにして、丸棒からの前方押出によって薄肉中空の角筒を成形する【角筒押出】を試み、成形の可否および成形荷重について調べ、また結晶組織及び機械的性質の変化を調べた。

更に棒材素材に適用が限定される CREO 処理の課題である板状素形材の加工についても、【板横押出成形】によって棒材径の 2 倍の幅に至る板材を成形することを試みた。他の加工法と同様に、成形の可否のみならず結晶組織および機械的性質の変化を調べた。本法により得られた微細組織を有する板材をプレス成形素材として用いる事で、更に板形状の成形可能性について確認した。

CREO 処理によって微細化して温間鍛造性を向上させたマグネシウム合金 AZ61 を用いて、【拡張押出】【角筒押出】【板押出】の各押出鍛造法によって、棒材からの成形可能性の拡大および鍛造加工中の追加結晶制御と機械的性質向上を同時に実現可能であることを示した。

4.1. マグネシウムの拡張押出加工

4.1.1. 緒　言

押出鍛造成形法の基礎成形法として拡張押出成形を考案した。[11)~14)] 本法は、Fig.4.1.1 に示すように、押出方向に直交した金型の間隙を設定しておき、押出により下方に押し出された素材は下型に押し当てられた後に間隙にて解放された空間である押出に直交方向に拡張される。拡張押出された先端面は半径方向に広げられ、大きな引っ張りひずみが発生することになる。本法の効果として以下がある。

(1)棒材からの拡張成形によって、素材棒材の外径に対して大きなサイズの部品が成形可能となる。

(2)拡張押出によって棒材軸方向に直行した半径方向に押し出すことで、更なるせん断ひずみ付与が可能となり、結晶粒微細化の促進および CREO 処理で残留した粗大粒の微細化が期待できる。特に、押出加工温度および加工度を適正化することで、大幅な機械的特性の向上が期待できる。

(3)単軸圧縮試験では評価困難な、大きな延性を有する金属材料の評価法として利用可能である。

そこで考案した拡張押出の温度および間隙(加工度)をパラメーターとして、拡張押出による結晶粒微細化材の成形性評価およびせん断ひずみによる結晶組織および特性変化について調べた。

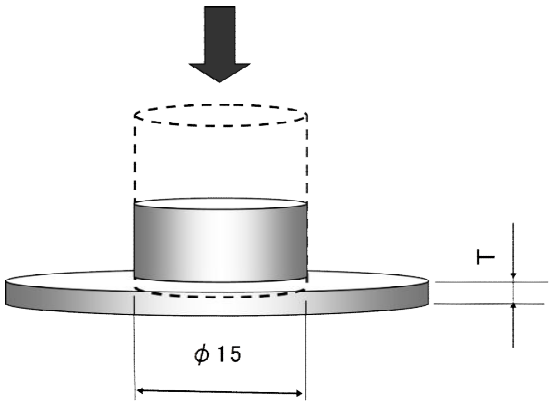


Fig.4.1.1　General outline of expansion extrusion process

4.1.2　実験方法

4.1.2.1　供試材

試料は JIS-AZ61 CREO 処理素材はΦ20 の素材を用いて、処理温度 300 ℃において、ねじり回転数 15rpm、送り横移動速度 300 mm/min で行った。CREO 処理後素材をΦ14.4 mm に切削加工したものを使用した。成分を Table 4.1.1 に示す。

Table 4.1.1　Chemical compositions of AZ61

(mass%).

Al	Zn	Mn	Cu	Si	Mg
6.47	0.85	0.27	0.003	0.026	Bal.

4.1.2.2　CREO 処理設備および処理条件

CREO 処理は、Fig.2.1.18 および Fig.2.1.19 で示した【RN-1】設備にて実施した。CREO 処理中の温度測定は、設置した放射温度計にて行い、供試棒材中に埋め込んだ K 熱電対の温度を測定して放射温度計の輻射率を較正した。

4.1.2.3　拡張押出実験装置

拡張押出に使用した圧縮試験機は、Fig.4.1.2 に示したように、上下に対向した 2 本の油圧シリンダーを有しており、下方にメインシリンダー20tonf、上方にサブシリンダー10tonf の最大荷重を発生することが出来る。

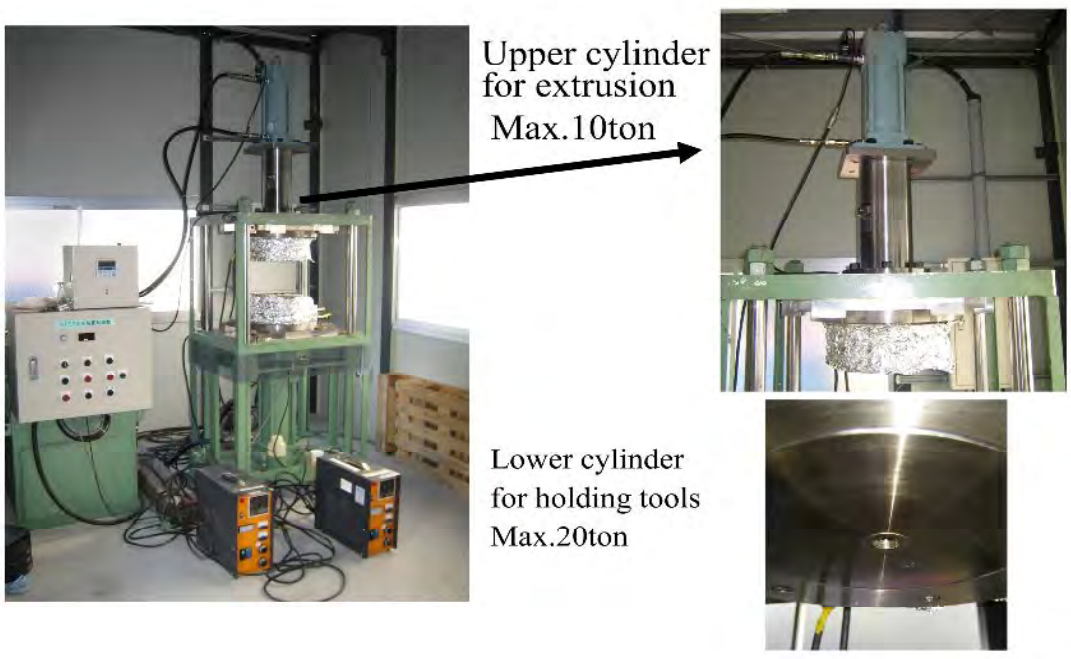


Fig.4.1.2　　Expansion forging test equipment

4.1.2.4　CREO 材の拡張押出評価条件

拡張押出試験に使用した金型構造寸法を Fig.4.1.3 に示した。金型はヒータによって加熱し、内蔵した熱電対と接触温度計にて温度管理した。

上方金型の空間金型に設けた押出部内径Φ15 に入るように素材を下型上にセットし、上型を下降させて下型とスペーサを介して接触させて加圧する。この状態で 60sec 以上保持することによって金型により素材が加熱され、素材と金型が同一温度となる恒温状態を得ることが出来る。

上下金型が加圧された状態で、押出シリンダーを下降させて素材を上下金型により形成された間隙から押出方向とは直角に、軸に対して半径方向に板状に押し出される。金型と素材の接触量を一定にするため、上型はΦ25 の領域のみ凸形状となっており、素材との加圧接触領域はΦ25 の円内に限定した。

試料・金型共に 200℃から 270℃に加熱した恒温（温間）条件下で、油圧プレスを用いて加工した。押し広げの際の肉厚は 2.2mm と 4.5mm を用い、潤滑は油性潤滑剤を使用した。操作手順としては以下のように行った。

①下型の中心位置に素材をセットする。

②上型を下降させて、上型に設けた押出穴内に素材を挿入する。

③挿入状態で 60sec 以上保持し、素材と金型温度を同一にする。

④押出シリンダーにて、上方より素材を押出し、対向する平面の下型に押し当てることにより、水平（半径）方向に板状に押出加工する。

⑤押出シリンダーを上昇させる。

⑥上下の金型を開放させて,成形品を取り出す。

実験条件を Table 4.1.1 に示した。

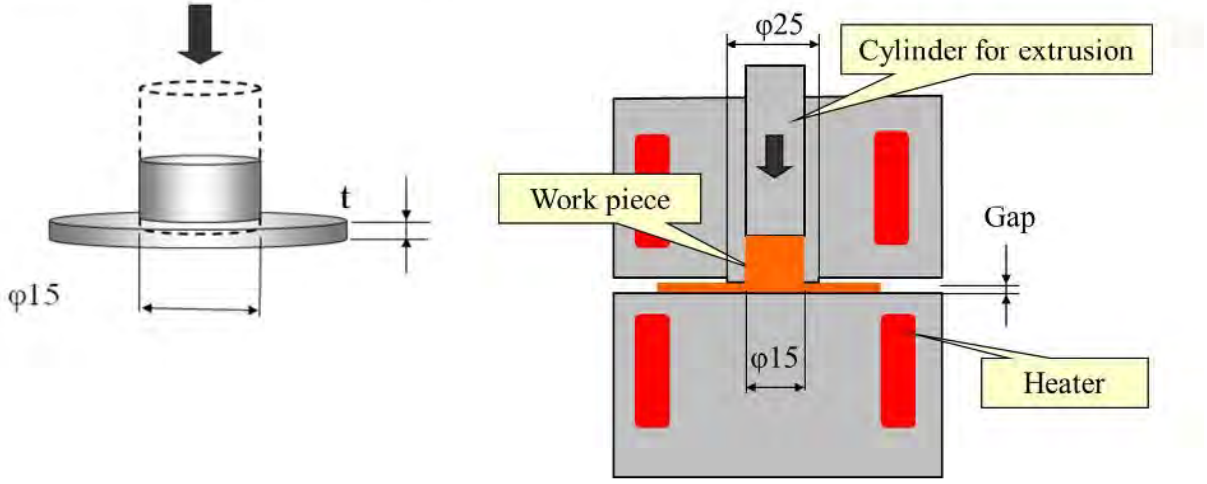


Fig.4.1.3　　Schematic illustration of expanding forging test

Table4.1.1 Test condition of expansion forging

Treatment of work pieces	1)As extrusion 2) As CREO (After extrusion) * These rods were reduced to 14.5mm in diameter from 20mm using lathe.
Forging temperature	1) 543K(270℃) 2) 508K(235℃) 3) 473K(200℃)
Gap between upper and lower tools	1) 4.5mm 2) 2.2mm
Lubricant	Oil type
Forging power	Max 100KN(10TON)
Forging speed	About 50mm/sec

4.1.2.5　結晶組織観察

(1)　光学顕微鏡組織

手順として、エメリー紙で順次研磨番手を細かくして研磨し、その後は【化学研磨→水洗浄→エッチング→水洗浄】にて処理する。化学研磨は、【塩酸：10ml、硝酸：10ml、　エタノール：160ml】溶液にて行い、エッチング液は【ピクリン酸：4.2g、酢酸：10ml、蒸留水：10ml、エタノール：160ml】を使用した。

光学顕微鏡は、ニコン製工業用顕微鏡エクリプス L150 顕微鏡用およびデジタルカメラ付きアダプターセット NYpix8400S2-P84M を使用した。

(2)EBSP 測定試料作製

供試材より研磨法を用いて EBSP 用測定試料を作製した.

観察装置は日本電子社製の電界放出型走査電子顕微鏡 JSM-6500F を使用した。EBSP システムは TSL 社製および OIM システム(ver.4.6)を使用した。

測定範囲は、90×90μm として、測定間隔は 0.3μm step に設定した。

4.1.2.6　機械特性試験

(1)硬度試験

マイクロビッカース微小硬さ試験機としてミツトヨ製 HM-103 を使用した。測定荷重は 0.3Kgf とした。

4.1.3. 実験結果および考察

4.1.3.1 棒材の結晶組織

結晶組織観察結果を Fig.4.1.7 に示した。押出素材レベルでは約 20μm の均一な結晶組織を有し、押出素材としては比較的細かな結晶組織と言える。

一方、CREO 処理材において、中心部（r=0mm）は押出素材の同等の結晶組織を呈しているが、CREO 処理材においては粒界の幅が大きくなっていることがわかる。3.2 のマグネシウム合金に関する中で報告したように、結晶粒微細化は粒界を基点に進行し、ひずみ量の増大に伴い微細化領域が粒内に拡大する傾向を示した。すなわち捻り変形は付与されているものの、ひずみ量が小さく押出素材の結晶粒径を変化させるに至っていないことが分かる。

中心以外は 5μm 以下の微細組織を示し、粗大粒の残留も見られなかった。微細化傾向としては、1/2R 部よりも表層部の方が結晶粒径は小さくなった。

微細化された結晶粒は比較的等軸であり、ひずみ方向の変形も見られなかった。この事から、強いせん断ひずみを受けてから再結晶温度以下に冷却されるまでに等軸化するに加熱状態での時間的な猶予があった事が推定できる。

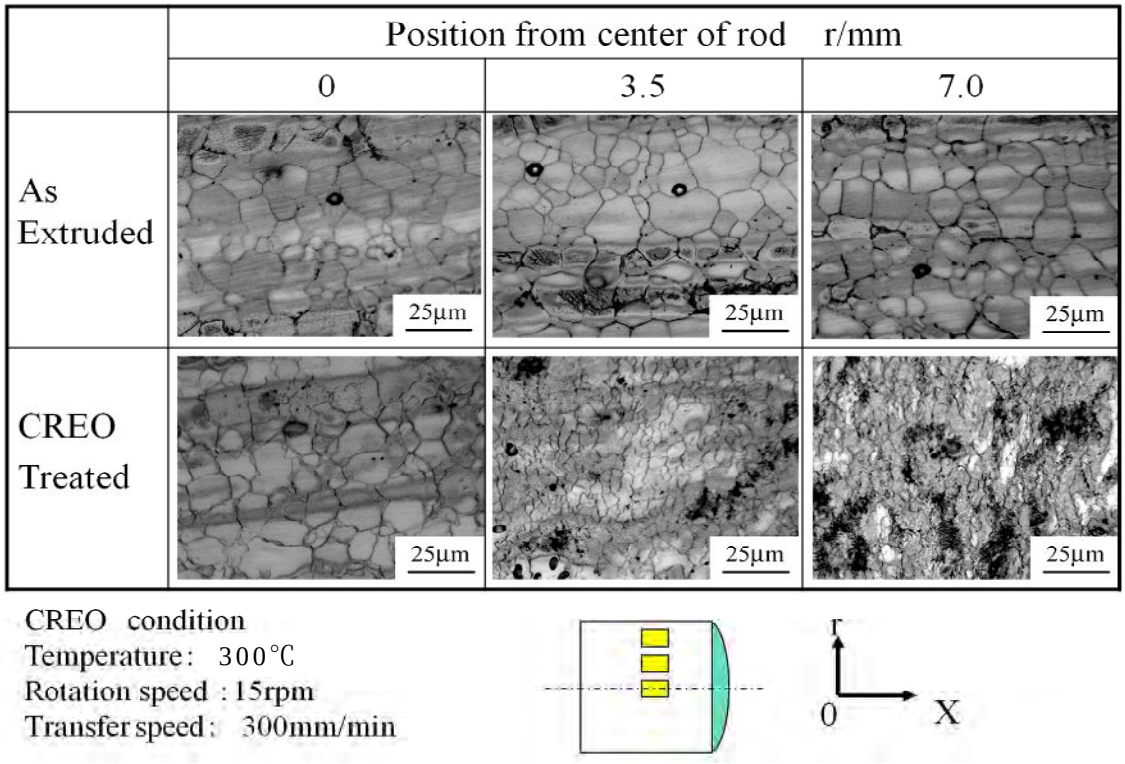


Fig.4.1.4 Microstructure of as CREO-treated and as extruded AZ61

4.1.3.2　拡張押出結果

拡張押出結果を Fig.4.1.5 に示した。押出材は低温側で脆性的な破壊を示した。また隙間が小さいほど、初期に脆性的な破壊を示した。最も延性が高い 270K においても隙間 2.2mm では、円盤状に拡張押出することは出来ず、2 方向に細長く分断されて押し出される結果となった。隙間 4.5mm では、拡張押出の形態を呈したが、全ての場合に破壊を生じた。270K においては円盤周辺部の延性破壊であったが、低温で延性が低い 235℃および 200℃では、押出初期に大きな破壊音を伴い押出方向で下型に押しつけられる底面部が脆性的に破壊した。これは 3.2 の圧縮試験で示した、単軸圧縮応力下で圧縮方向に対して 45deg のせん断亀裂が発生したものと同様の延性不足が原因と思われる。

一方、CREO 処理材については、高い延性ゆえに割れ発生は 200℃で間隙 4.5mm の場合のみであった。この場合の割れ発生部分は、押し出された円盤の外周部であり、押出材と同じ位置であった。ただ押出材で生じた破壊音などは観察されず、延性的な破壊であった。破壊は、ギャップ形成をΦ25 以内とした金型凸部を超えた領域で発生した。これは、拡張成分と外周部への曲げの重複によって破断限界に達したものと思われる。

最も低温である 473K で、かつ最も間隙が小さい 2.2mm の場合には、押出シリンダーの荷重不足により、ストロークエンドまでの押出成形は出来なかった。

Material		As extrusion		As STSP treated	
Gap		4.5mm	2.2mm	4.5mm	2.2mm
TEMPRATURE	270℃	Small crack	Cracked		No crack !
	230℃	Cracked		No crack !	No crack !
	200℃	Cracked		Small crack	Lack of forming load

Fig.4.1.5　Result of Expansion forging test

4.1.3.3　各拡張押出条件における外観・光顕組織・硬度分布

(1)　拡張押出のファイバーフロー観察

押出材の断面について強めのエッチングを施すことによってファイバーフローを観察することが出来た。(Fig.4.1.6)

素材部は棒材製造時に形成された長手方向に平行なファイバーフローが観察された。金型から出るまでは平行のフローを示し、金型コーナによって90deg の曲がったフローとなった。屈曲したファイバーフローから、ECAP によるせん断ひずみ付与を類似したひずみが付与されていることが分かる。

素材の中心軸で、対向する下型に押圧される部位にはデッドメタル状のファイバーの滞留が観察された。シリンダー部内径Φ15 に対して素材外径がΦ14.4であり、圧縮率に換算すると 8.5%に相当する。更に対向する金型に押しつけられて水平（半径）方向に押し出されるに際して、素材には半径方向のひずみが加算される。3.2.3.4.2 の温間圧縮試験結果に示したように 200℃においては圧縮率 20%以下で破断しており、前述のシリンダーのクリアランスによる8%および拡張開始時のひずみ付与により、圧縮開始時点での脆性破壊を生じたものと思われる。

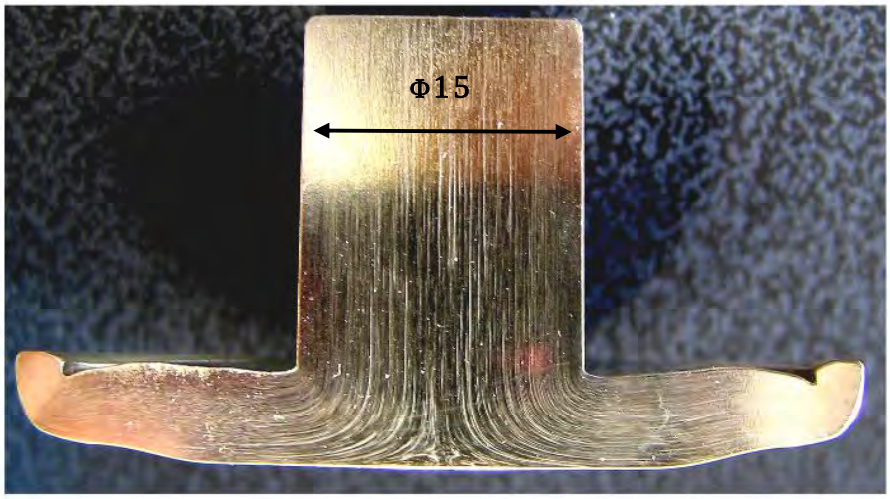


Fig.4.1.6　Fiber flow of plastic deformation
As Extrusion　Expansion forging temp. ：270℃
Gap between tools　：4.5mm

中心軸からファイバーフローは水平（半径）方向に直角に曲げられていた。半径方向に拡張されたフランジ部は、Φ25 の凸部以内では板厚がほぼ一定となっているが、外周に行きΦ25 領域外では薄肉化しており、特に先端部で間隙に

対して非常に薄肉になったことと、1 方向押出による上方への偏荷重によって、巻き込みを生じた。この巻き込み部の下方に位置する曲げ外周部で伸び変形が加算される事によって加工限界を越えて外周破断を生じたものと思われる。

押出コーナ部近傍の結晶組織を Fig.4.1.7 に示した。押出コーナ部で強いせん断変形が付与され、結晶粒が微細化されていく状態が観察できた。粒内にはコーナ半径方向に沿ってすべり線が観察され、変形の進行と共に結晶粒は更に微細化され低い倍率では観察困難なレベルとなった。

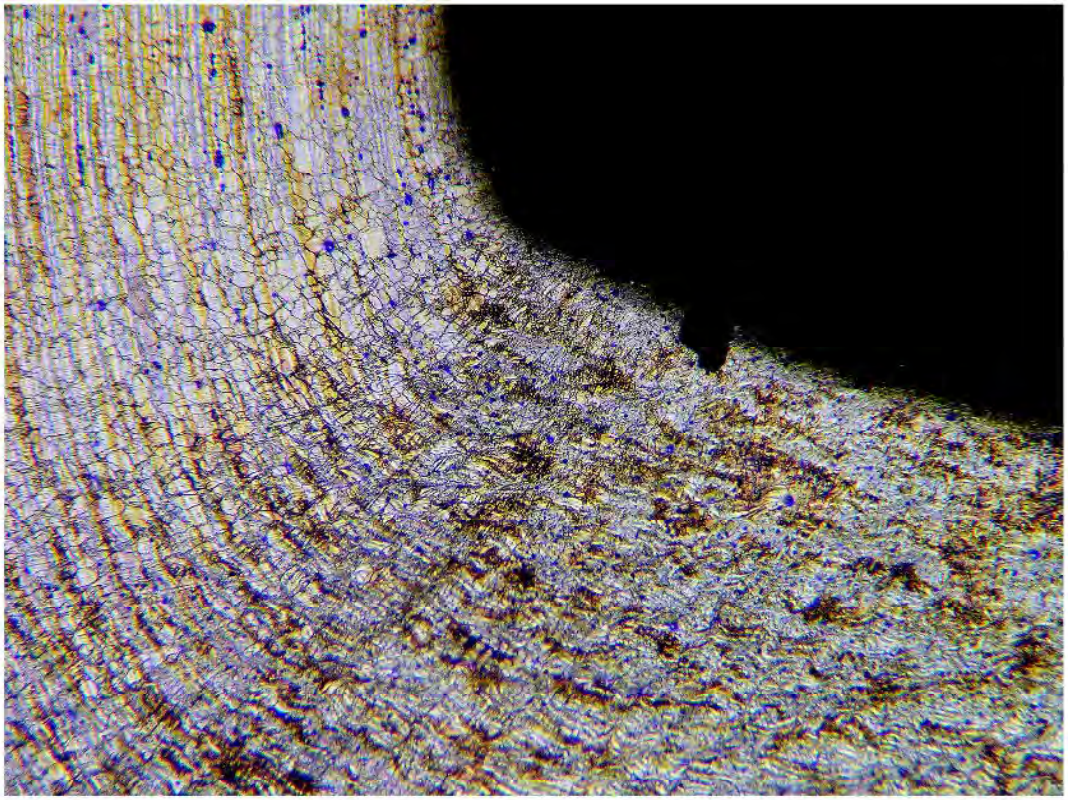


Fig.4.1.7 Transformation of crystal grain at the corner
As Extrusion　Expansion forging temp. ：270℃
Gap between tools ：4.5mm

(1) 押出材の拡張押出結果 【270℃ 4.5mm】

押出材において唯一脆性破壊を生じなかった最高温かつ最大間隙の条件のサンプルについて外観観察（Fig.4.1.8）および組織観察を実施した。

破断は外周部の一部に発生しており、押出方向に生じた表面模様に沿って引き裂かれた状態で破壊していた。

下型と接触する下面側は、押出棒材が押しつけられる部分に明確な加工痕が見られ、押しつける圧力が付与される部分に対して、拡張部には軽微ではあるが凹部を生じていた。

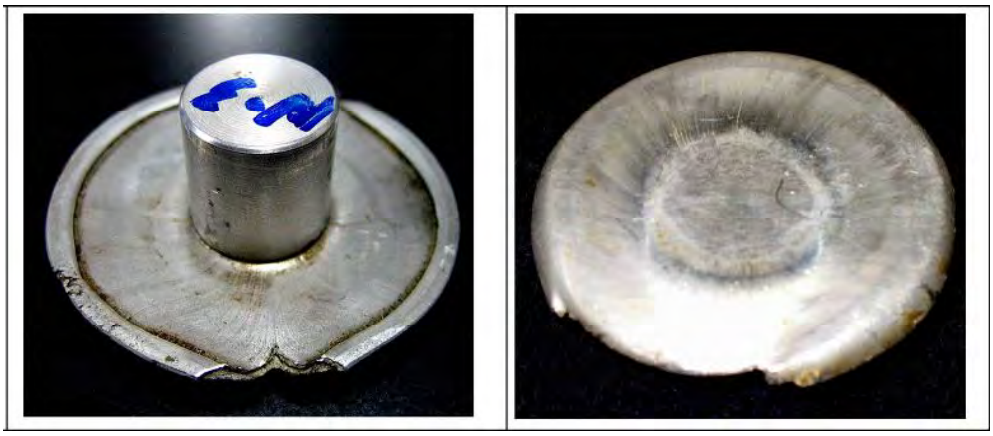


Fig.4.1.8 Outlook of expansion forging of extruded AZ61 at 270℃ with 4.5mm tool gap

素材部の結晶組織は Fig.4.1.9 に示すように、外周部が若干粗大な等軸組織であった。押出によって結晶粒は微細化されており、10μm 程度となっていた。押出によるひずみは、棒材製造時の押出加工と直行方向に付与されることから、ECAP 法と同様に効果的に結晶粒を微細化する事が可能となると考えられる。

今回使用した温度が、通常の押出材での延性を得るには低すぎることから破断を生じた。従って、マグネシウム合金押出素材の鍛造に用いられる、330℃以上に加熱できれば、拡張押出中にせん断ひずみを付与して結晶粒を一定レベル微細化する可能性がある。しかしながら恒温鍛造で大きなせん断ひずみを与える状態で、330℃以上の加熱状態では、潤滑剤の選定が困難であり、金型の加熱が非常に困難になる等について大きな課題が残る。

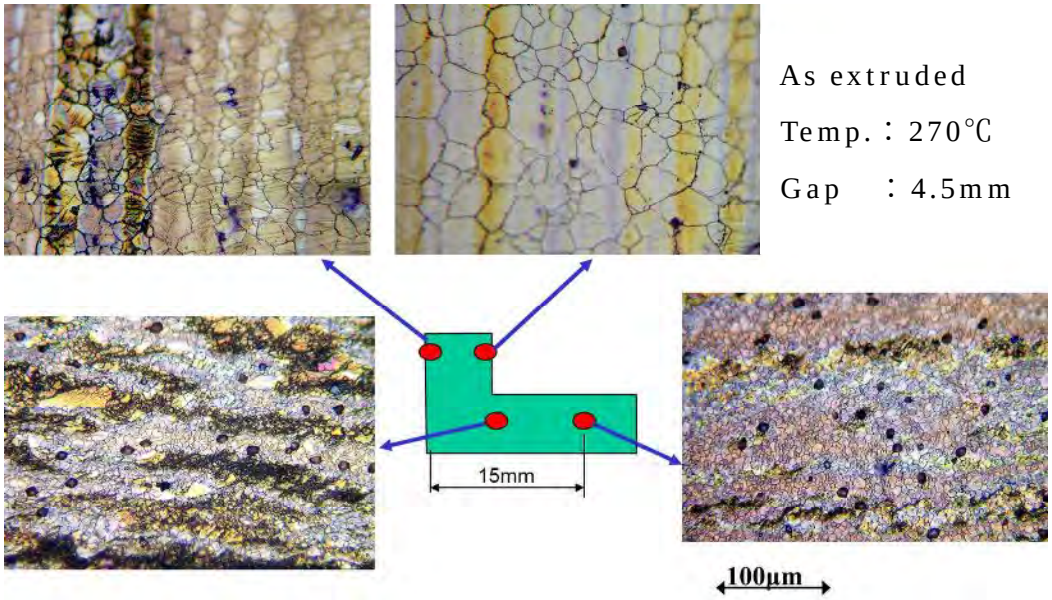


Fig.4.1.9　Microstructure of extruded AZ61 expansion forging sample with 4.5mm tool gap

(2)　CREO 処理の拡張押出結果　【270℃　2.2mm】

CREO 処理材に関しては、強加工である間隙 2.2mm についてのみ詳細調査した。270℃においても、拡張押出品外観は非常に滑らかであり、押出材で見られた半径方向のスジ模様も軽微なものであった。外周の一部にネッキング状の凹部が観察されたが、クラックなどは観察できなかった。（Fig.4.1.10）

比較として押出材について、同一条件で拡張押出したサンプル外観も示した。押出材では 2 方向に分断され CREO 処理による大幅な延性向上が確認できた。

またシリンダーによる押出部にはバリの発生は観察されなかった。

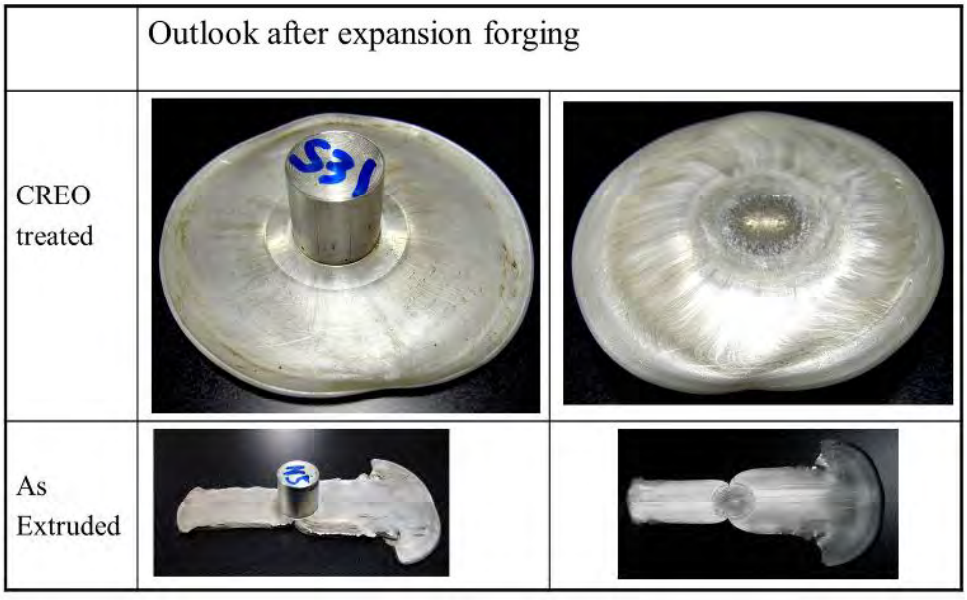


Fig.4.1.10 Outlook of expansion forging of CREO treated AZ61 at 270℃ with 2.2mm tool gap

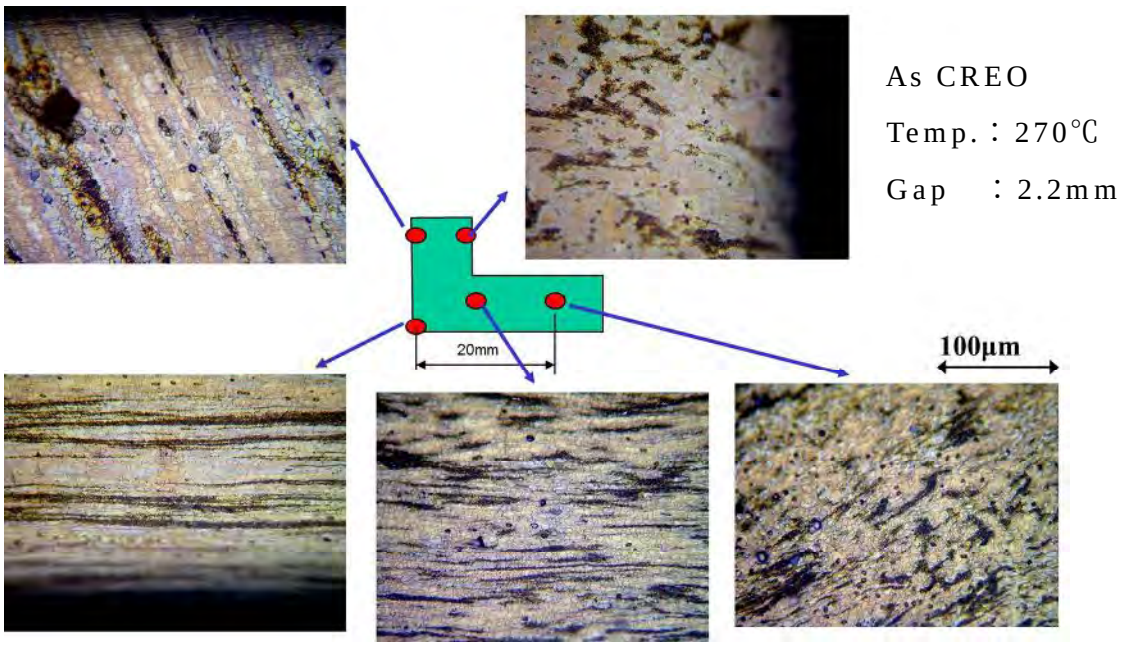


Fig.4.1.11　Microstructure of CREO treated AZ61 expansion forging sample with 2.2mm tool gap

CREO 処理材の 270℃間隙 2.2mm の断面組織を観察した。(Fig.4.1.11) CREO 処理によって押出前の素材部分においても結晶粒は微細であった。更に拡張押出により微細化は一段と進み材料の流れに沿って伸ばされた微細組織を示す事が分かった。

結晶組織は押出先端である外周部の方が粗い傾向を示した。これは先端部では、摩擦力が発生する面積が小さく、更に外周部の板厚が減少することから背圧が小さくなることが推定できる。一方、加工後半の方では、外周部の摩擦抵抗によって背圧が高くなることから鋭角に屈曲し、せん断ひずみ量が大きくなり微細化が進んだものと考えられる。

(3)　CREO 処理材の拡張押出結果　【200℃　2.2mm】

CREO 処理材において、最も低い温度 200℃で、かつ最小の間隙 2.2mm の条件においては、圧縮試験機の荷重不足で完全に押し出しきることは出来なかったが、金型の凸形状を超える領域までの拡張押出成形を行う事が出来た。Fig.4.1.12 に示すように、表面状態は良好であり、ネッキングも見られなかった。最外周部の下面側では若干の表面荒れが発生していることが観察され、成形限界が近づいている事が推定できる。

押出のコーナ部および押出の対向部において潤滑剤の焼き付きのような変

色が観察された。この領域は面積も大きく押出速度も大きな、いわゆる高 PV（Pressure Velocity）値となる領域であり、潤滑性能が
不足して変質を開始したのではないかと考えられる。

Fig.4.1.12 Outlook of expansion forging of CREO treated AZ61 at 200℃ with 2.2mm tool gap

断面組織を光学顕微鏡で観察した（Fig4.1.13 ,14)。素材部分の外周部は約 5μm の結晶粒径であったが、内周部では粗大粒との混粒となっていた。押出が開始されるに従い微細化が進行するが、コーナ部近傍である Fig4.1.13③④⑤の微細化は、内側に位置する③に比較して微細化していることが分かった。これはコーナ内周側の方が､鋭角に屈曲しせん断ひずみ量が大きい事が原因と考える｡押し出されて板状となった円周部の⑤はコーナ部である④と類似した結晶組織となっていた。

更に下方に押出が進行した領域である⑥では棒材内周部にもかかわらず③に比較して微細化が進行していた。これは Fig.4.1.4 に示したマクロ組織から分かるように、棒材内周部の方が、せん断ひずみ付与が遅れて生じることによると考えられる。⑦から⑧では大きな組織変化は見られず、⑦の位置でせん断ひずみ付与は完了し組織の微細化も完了したものと考えられる。

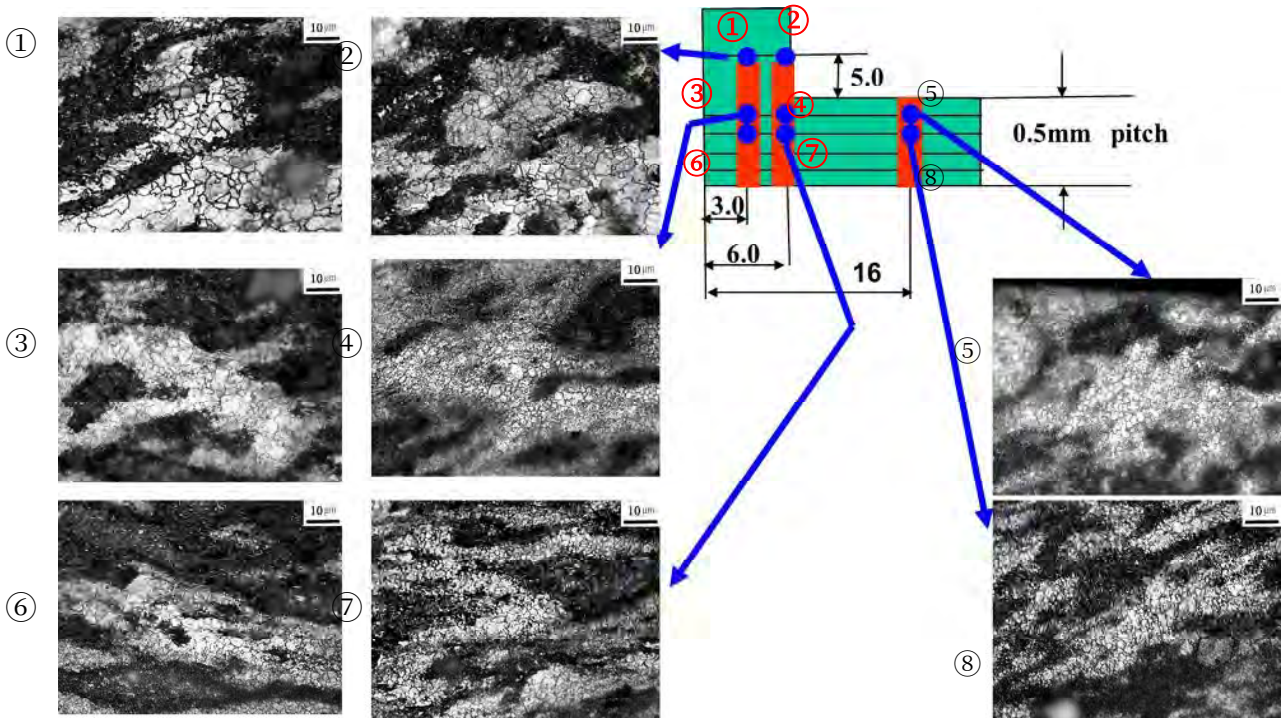


Fig.4.1.13　Optical microstructure of expansion extrusion 【1】

更に下型側の位置についての光学顕微鏡組織を Fig.4.1.14 に示した。下型側である⑨⑩の位置になると半径方向位置による結晶粒径の差は見られなくなる。また拡張押出された外周部⑪との差も見られなくなった。更に下型側である⑫⑬⑭も同様の組織の傾向を示し、平均結晶粒径は約 2～3μm 程度になっていた。

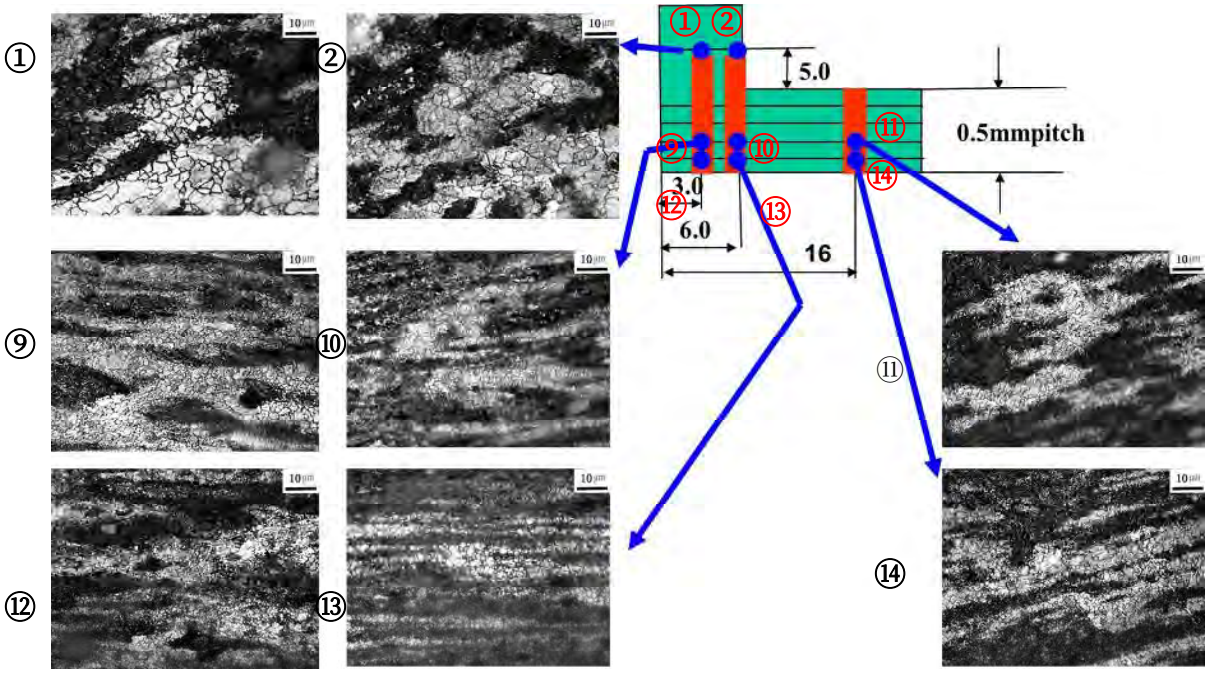


Fig.4.1.14　Optical microstructure of expansion extrusion 【2】

4.1.3　CREO 処理材拡張押出の SEM-EBSP 観察結果　【200℃　2.2mm】

今回の実験範囲で最も微細化が進んだ条件である、CREO 処理材を 200℃にて間隙 2.2mm で拡張押出サンプルについて、SEM-EBSP にて組織解析を行った。

4.1.3.4.1　棒材部

(1)Image Quality 観察結果

押出を行う棒材部、すなわち CREO 処理部分は、約 10μm の粗大粒と 1～3μm の微細粒の混粒組織となっていた。（Fig.4.1.15）　微細結晶粒が集合する領域がバンド状に観察される。

光学顕微鏡で観察した Fig.4.1.4 の CREO 処理後組織に比較して、若干粗大化した傾向を示した。これは 200℃と粗大化には低い温度ではあるが、押出による金型との摩擦熱が付与されて、軽微ではあるが再結晶と粗大化が進んだのではないかと考えられる。

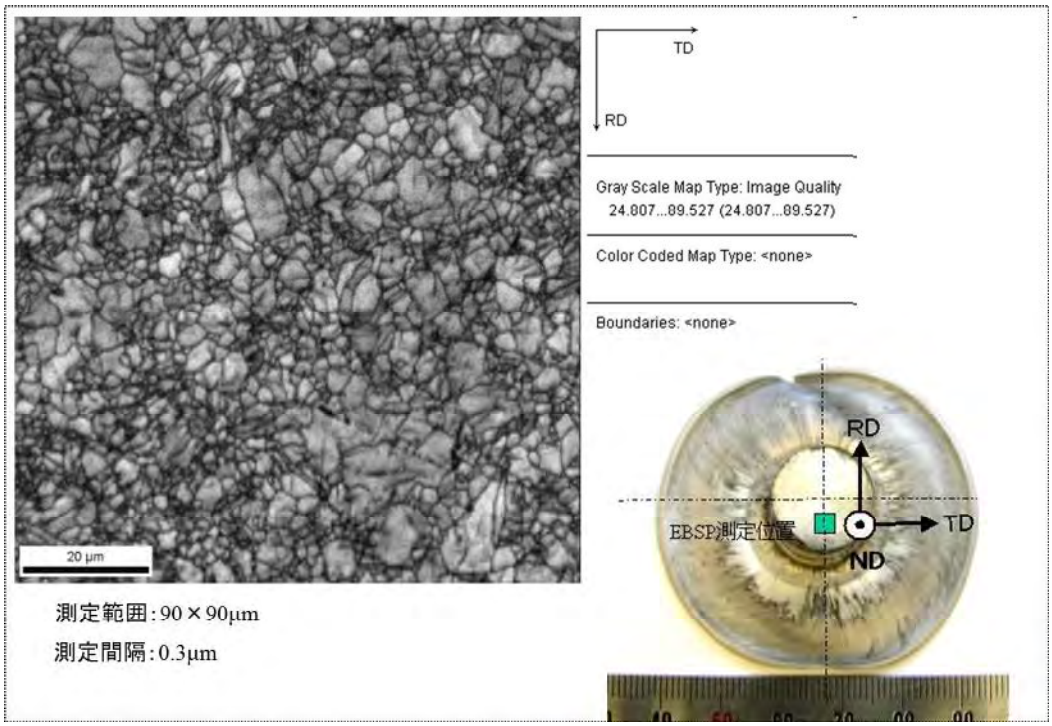


Fig.4.1.15　Transformation of grain size by forging

(2)EBSP による粒径分布観察

EBSP による結晶粒界の判定角度を【2～5deg】【5～15deg】【15～180deg】に分割して、粒界マップを測定した（Fig.4.1.16）。15deg 以上の大傾角粒界が約 69.3%と大半を占めているが、5～15deg の範囲も 11.2%を占め、2～5deg も約 19.5%と多く観察され、15deg 未満の小傾角粒界が多く観察された。特に 2～5deg の傾角を有する粒界が､粗大な結晶粒内に観察された｡IQ 像では、2deg 以下の更に小傾角と思われるパターンが粗大結晶粒内に観察されることから粗大粒の中にも亜粒界もしくはすべり線のような線状組織が観察され、CREO 処理によるひずみが､加熱捻りの後の急冷によって､完全にひずみが消失するまでの加熱保持時間ではない事が推定できる。

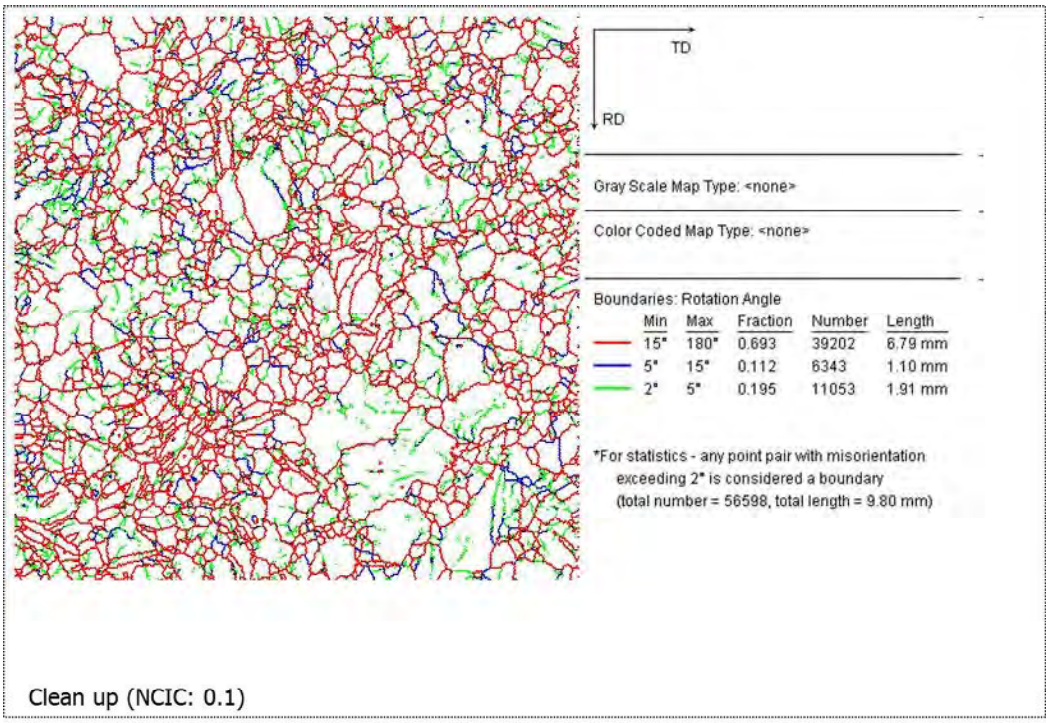


Fig.4.1.16　Grain map of extruded rod

Fig.4.1.17 に、結晶傾角 5deg をしきい値とした粒径分布を示した。粒内に部分的ではあるが双晶が観察され、双晶を含んだ場合と,除外した場合の結晶粒径分布を比較した（in Area で評価)。

双晶を含んだ分布では、平均結晶粒径が 5.2μm であり、15μm レベルの粗大粒が残存していることが分かった。最頻値としては 2～4μm であり、一部の粗大粒を除けば 10μm 以内に粒径がおさまっていることが分かった。

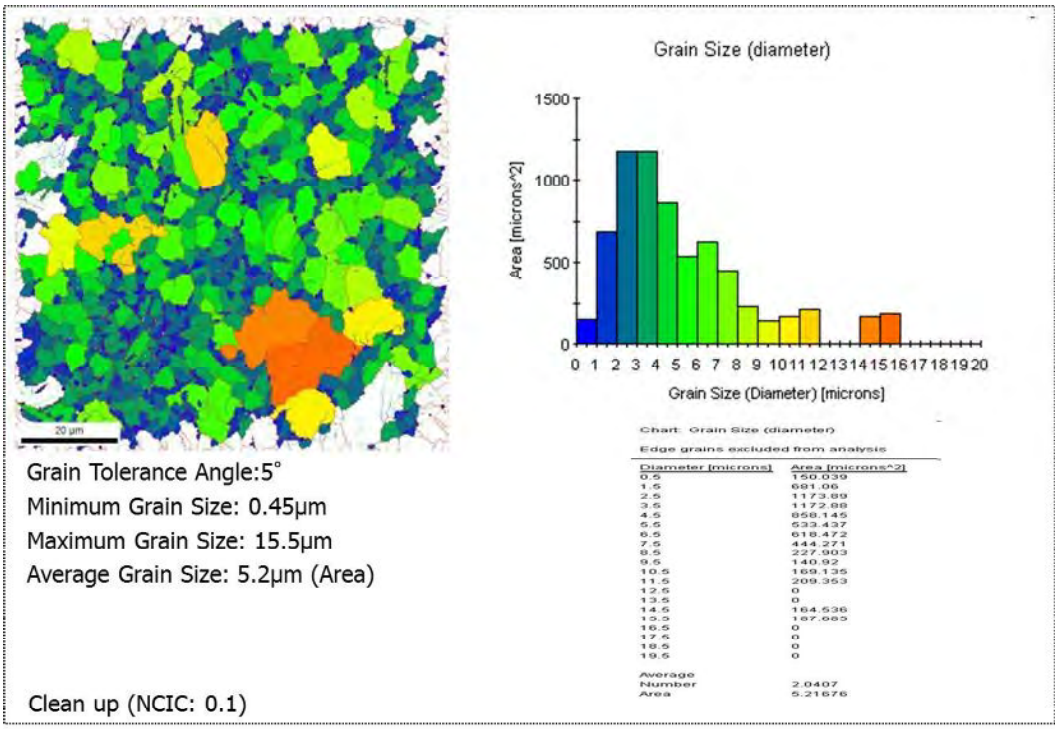


Fig.4.1.17　Grain distribution of extruded rod in area

双晶を除外して同様の測定を行った。（Fig.4.1.18）最小粒径と最大粒径は変化しなかったが、平均結晶粒径は 5.2μm→6.0μm と軽微ではあるものの大きくなった。これは双晶の大きさが 5μm 以下の 2～4μm の範囲であったことを示している。

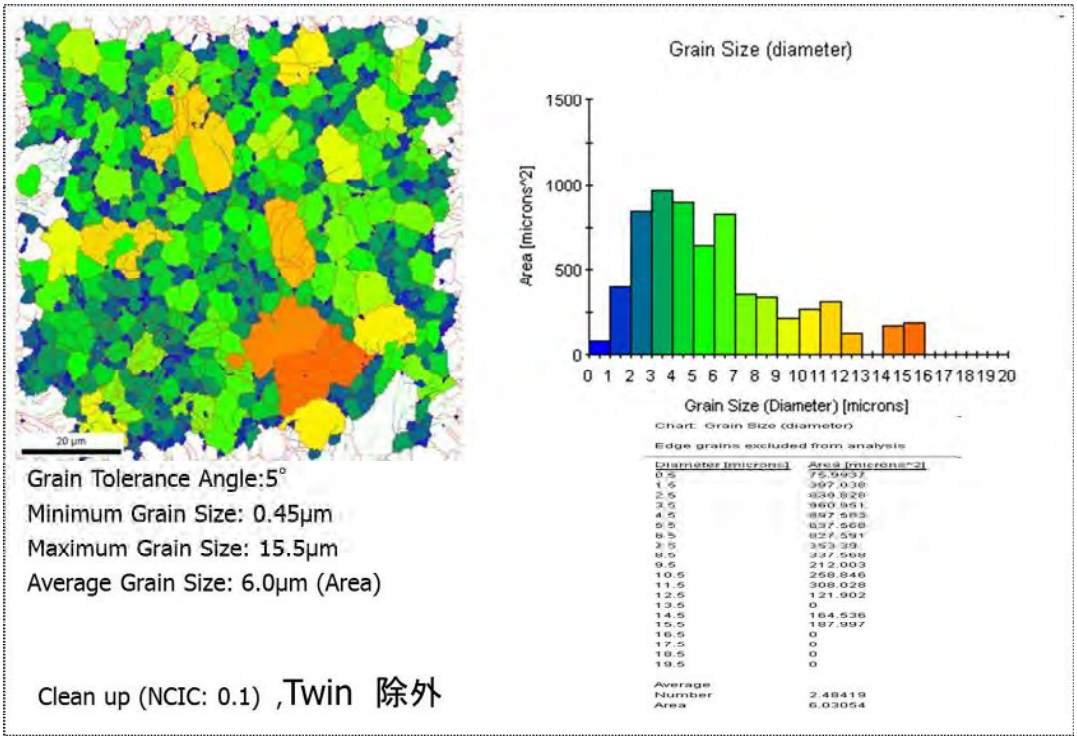


Fig.4.1.18　Grain distribution of extruded rod in area except Twin

Fig.4.1.19 に、数量で整理した EBSP 粒径分布のデータを示した。金属体全体で見ると、面積比で全体の特性を規定することから、あくまでも結晶粒の分布状況の把握のために調査した。粒径分布は、微細化傾向を示し、2μm 以下の領域で最も粒数が多くなった。これは同一面積では、微細粒ほど粒数は多くなることに依るものである。

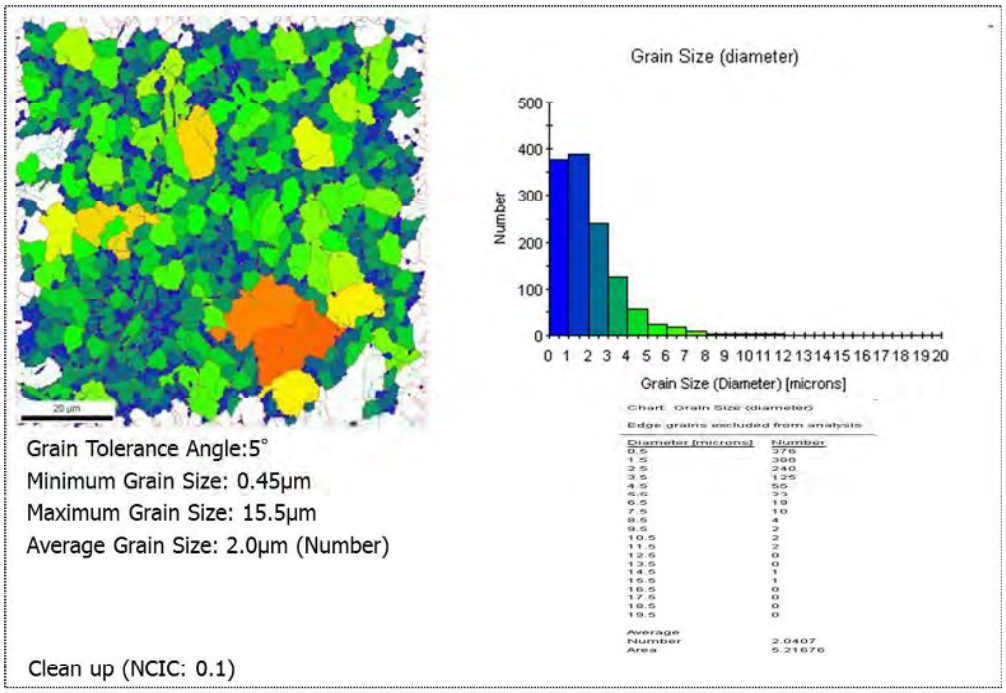


Fig.4.1.19　Grain distribution of extruded rod in number

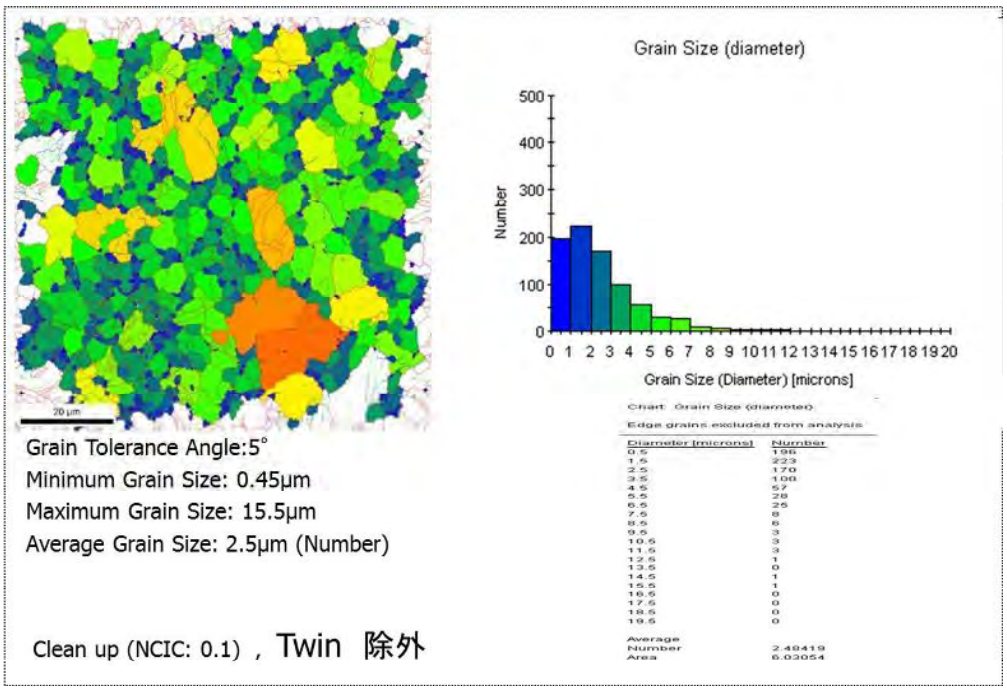


Fig.4.1.20　Grain distribution of extruded rod in number except Twin

双晶を除外することによる分布の違いを Fig.4.1.20 に示した。3μm 以下の領域での粒数が低下しており、この範囲の大きさの双晶が存在していたことが分かる。

(2)結晶方位

CREO 処理材の正極点図を Fig.4.1.21 に示した。入手材である押出棒材では、軸方向に熱間押出加工されることから、(0001)面が押出方向に平行に並ぶことを 3.2.3.3.1.にて既に説明した。CREO 処理の捻りひずみが付与されることによって、(0001)面が傾きを生じる事になる。今回の CREO 処理は、Φ20 素材をねじり回転数 15rpm、送り横移動速度 300 mm/min で行ったため、20mm で 1 回転する事になる。これは外周の展開長を考えた場合、

周長=20×π=約 62.8mm （1 回転の距離）であり、20mm で 1 回転して周長を回りきることとなる。このため棒材の軸方向からの傾きは tan-1(62.6/20)=72deg となる。

この角度がすなわち結晶方位のズレに一致すると考えられる。

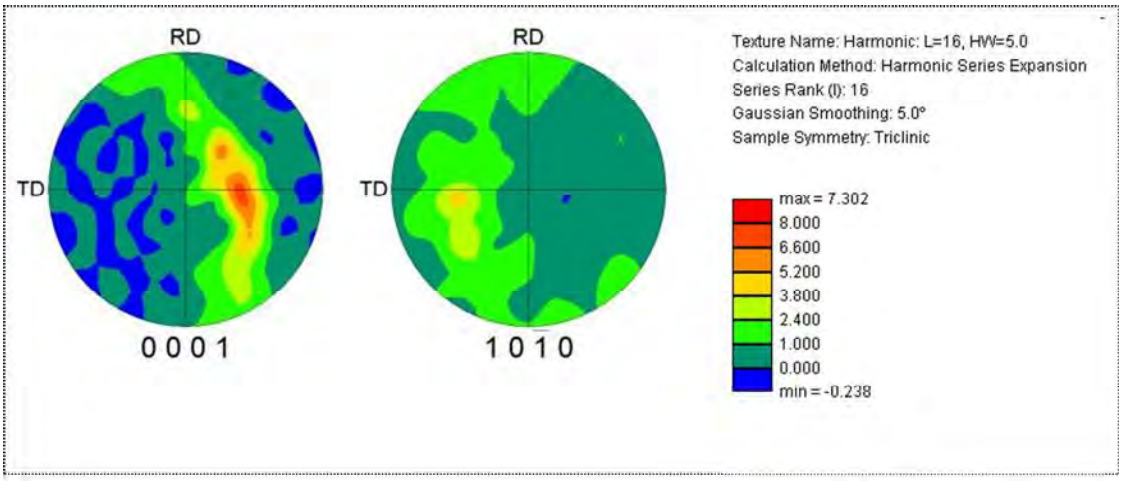


Fig.4.1.21　Transformation of grain size by forging

ND から見た反転極点図による各方位の分布は、赤色が濃い傾向、すなわち(0001)面が観察面に平行に多く観察される傾向を示す(Fig.4.1.22)。これは CREO 処理によって、素材段階では押出方向に平行に位置していた(0001)面が、強い捻りひずみによって断面に近い並行状態に並んだ為に生じた結果であると思われる。

微細粒の方が（1010）面、すなわち六角柱の側面が多く観察される傾向を

示した。これは正極点図においても観察された傾向であるが、局所的にせん断ひずみが付与されて結晶粒が微細化された際に、ひずみを緩和するために分断された結晶粒の一部が回転を生じて方位が変化したものと考えられる。

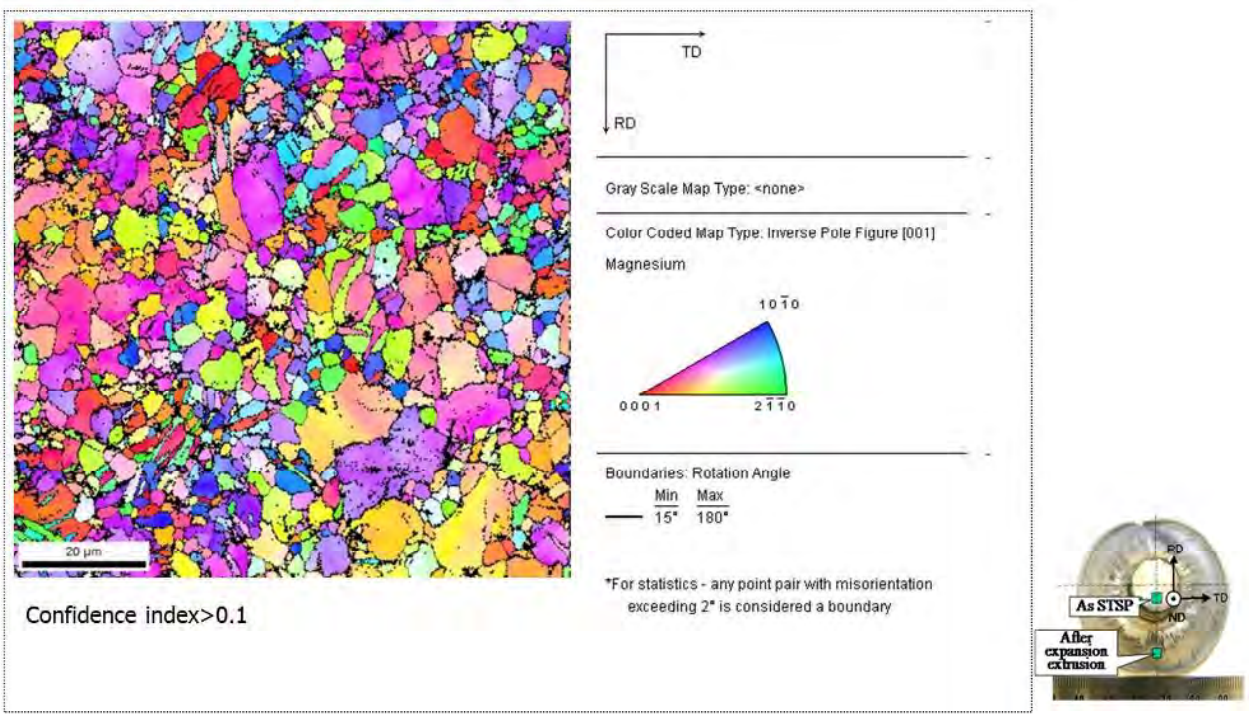


Fig.4.1.22　Invers pole figure （ND）of extruded rod

4.1.3.4.2　拡張押出部

(1)結晶粒系分布

CREO 処理で微細化されたものの粗大粒が残存した組織の棒材を、200℃間隙 2.2mm で拡張押出して板状に成形した面の Image Quality 像を観察すると、CREO 処理材で見られた 15μm 程度の粗大粒は観察されなくなった（Fig.4.1.23）。最大の粒でも数 μm レベルであり、一部の大径の粒を除いて、1～3μm レベルの微細均一組織となっていた。また結晶粒の形状は CREO 処理材と比較して等軸と言うよりも球形に近い形状を示していた。

等軸の組織および粗大粒内部にひずみ残存が観察できないことから、強ひずみが付与された後に再結晶に十分な熱が付与されたことが推定できる。

今回使用した EBSP の測定ピッチが 0.3μm であり、実際問題としても分解能限界近傍でもあったことから、更に微細な結晶粒が存在している可能性が高いと思われる。

粗大粒が消失した原因としては、CREO 処理とは異なった方向で強いひずみが加算される事で、粗大粒が微細化されたことが考えられる。粗大粒内には、今回の観察範囲外である 2deg 以下の傾角の粒界を含む小傾角の粒界および転位などが、異なった方向の強いひずみ付与によって結晶の回転を生じて結晶傾角が大きくなったものではないかと考える。

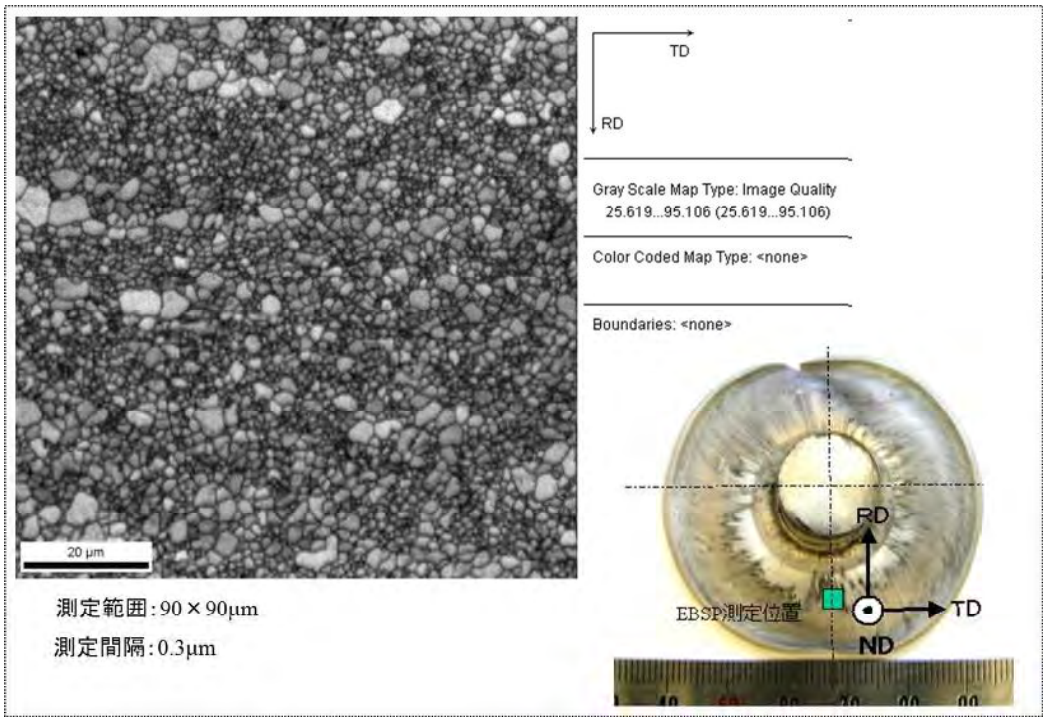


Fig.4.1.23　Transformation of grain size by forging

更に拡張押出時および完了も継続される 200℃の加熱によって等軸（球形）化が進行したのではないかと考える。

EBSP による結晶粒界の判定角度を【2～5deg】【5～15deg】【15～180deg】に分割して、粒界マップを測定した（Fig.4.1.24）

CREO 処理材とは大きく異なり、15～180deg の大傾角粒界が面積率で 83.4%を占める状態であった。（CREO 処理材：69.3%）更に小傾角である、5～15deg は 9.6%（CREO 処理材：11.2%）、2～5deg では 7.0%（CREO 処理材：19.5%）となり、特に 2～5deg の小径各粒界の減少が著しかった。これは Image Quality 像での外観観察で等軸（球形）の粒径であったことの原因と同じく、ひずみ付与後に急冷処理を行う CREO 処理とは異なり、拡張押出では押出完了後も加熱状態が継続されることから、動的再結晶に静的再結晶が加算された状態ではないかと推定できる。

また CREO 処理とは異なった方向で強いひずみが加算される事で粗大粒が微細化されたことが考えられる。CREO 処理材では比率が高かった 2～5deg の傾角を有する粒界は、異なった方向の強いひずみ付与によって結晶の回転を生じて大傾角化されたものと思われる。

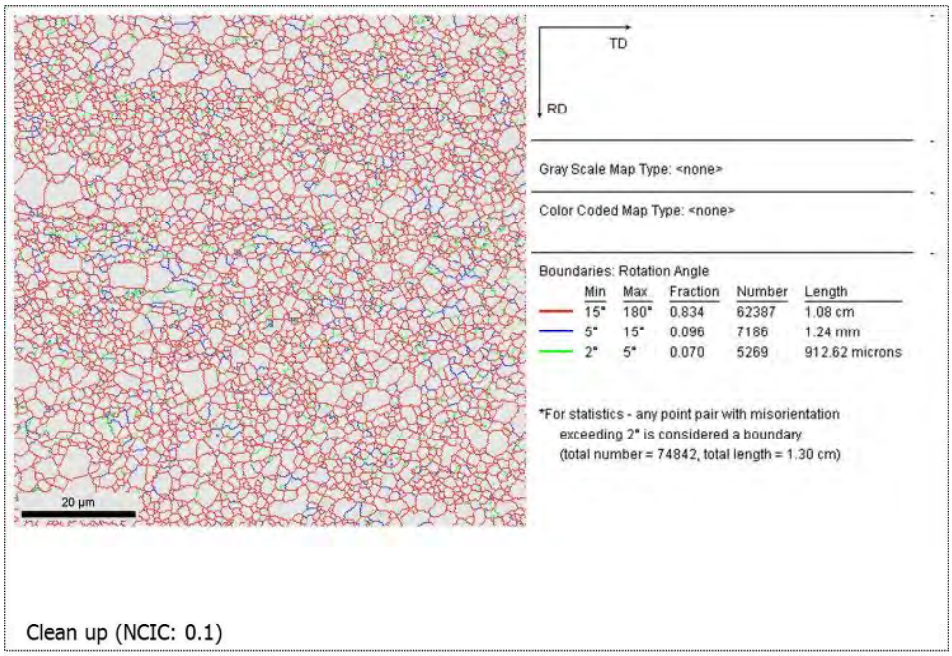


Fig.4.1.24　Grain map of extended area

Fig.4.1.25 および Fig.4.1.26 に結晶傾角 5deg をしきい値とした粒径分布を示した。双晶は殆ど観察されず、双晶を含んだ場合と,除外した場合の結晶粒径分布を面積率で比較しても分布に差は見られなかった（in Area で評価)。

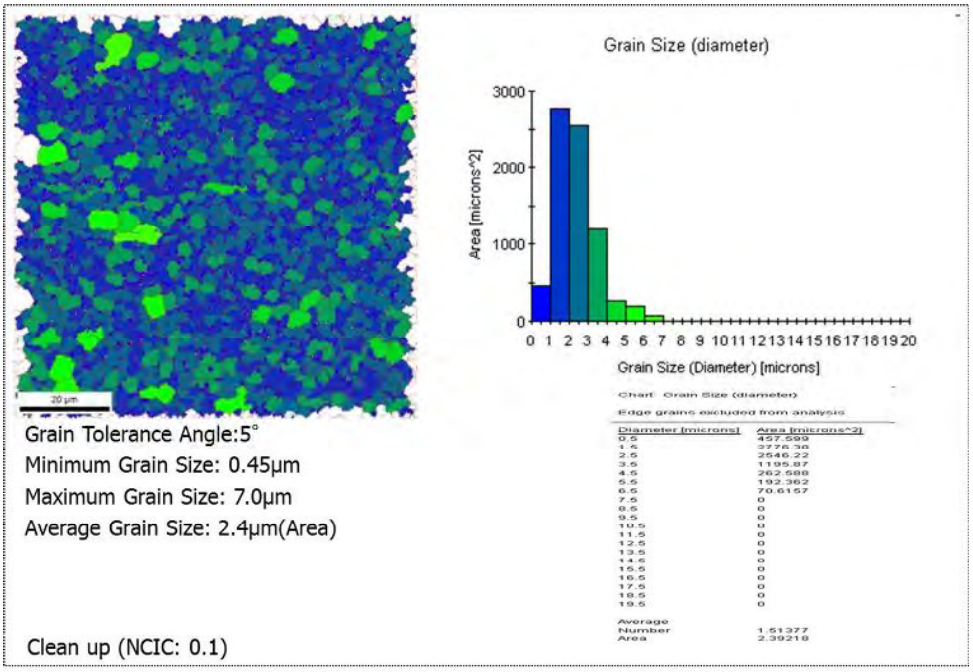


Fig.4.1.25　Grain distribution of extended area (area)

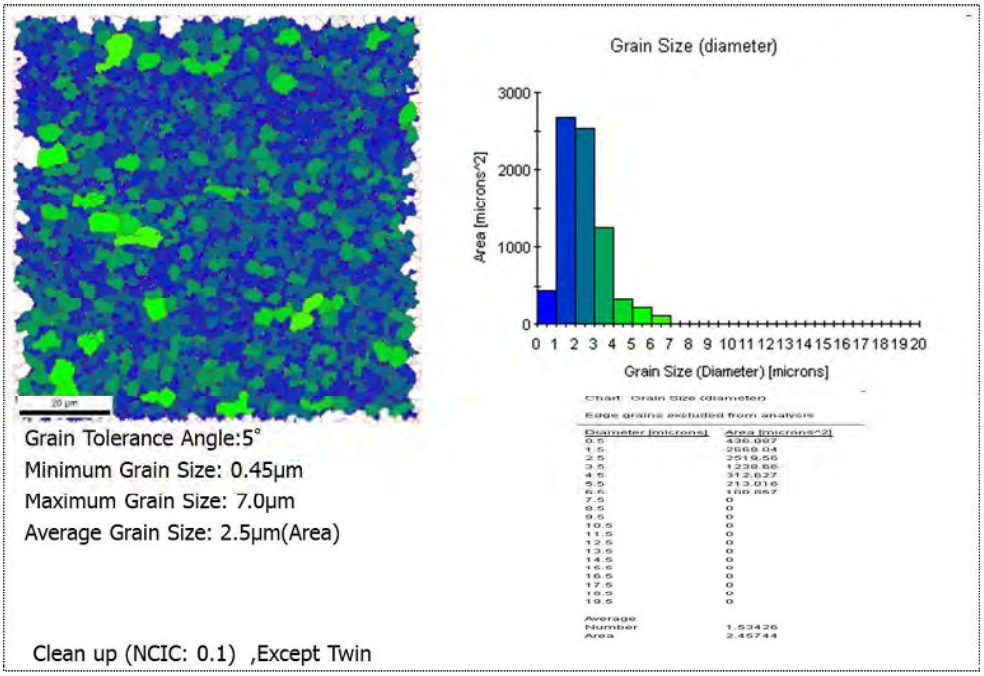


Fig.4.1.26　Grain distribution of extended area except for twin(area)

Fig.4.1.27 および Fig.4.1.28 に、数量で整理した EBSP 粒径分布のデータを示した。粒径分布は、面積比に比較して微細化傾向を示し、2μm 以下の領

域で最も粒数が多くなった。同一面積では、微細粒ほど粒数は多くなることに依るものである。双晶を除外しても粒径分布は変化せず拡張押出後には双晶が消失していることが分かる

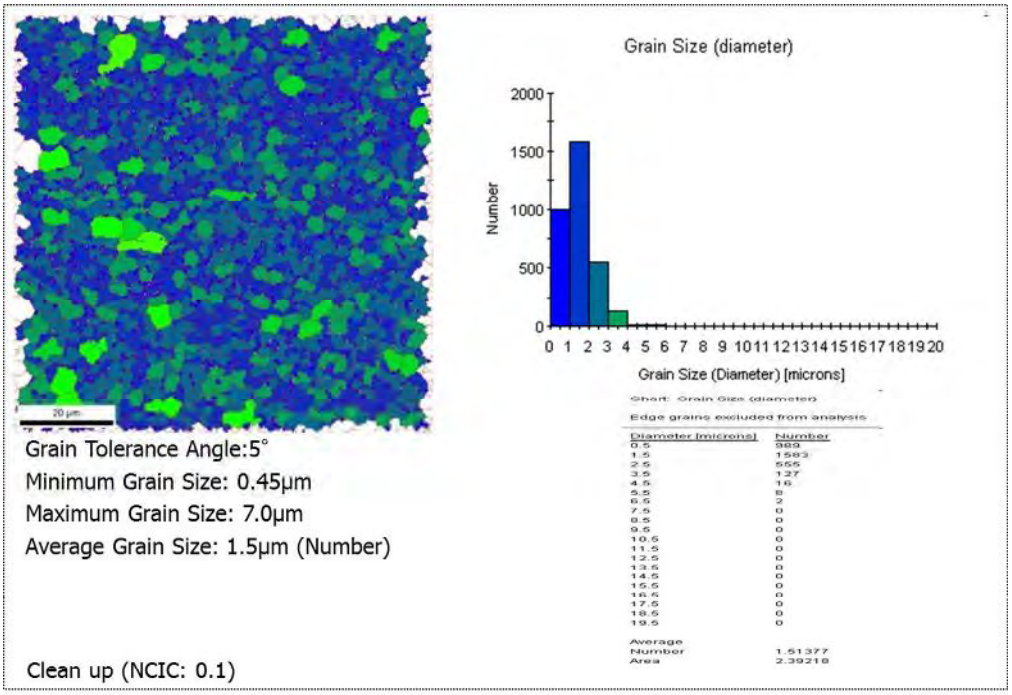


Fig.4.1.27　Grain distribution of extended area (Number)

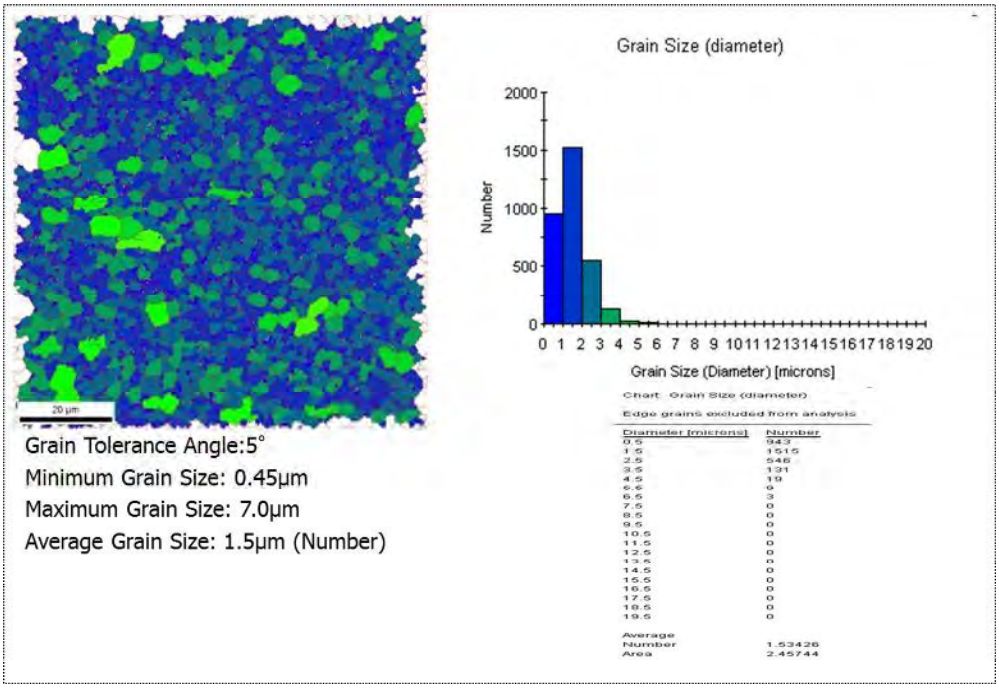


Fig.4.1.28 Grain distribution of extended area except for twin (Number)

(2)結晶方位

CREO処理材の拡張押出後の拡張部について正極点図をFig.4.1.29に示した。拡張押出によって、半径方向に狭い隙間から大きなひずみで直行方向に押し出された事から、押し出された平面に(0001)面が集積したことがわかった。CREO処理の影響が残っているのか、(0001)面はねじれた方向に引き延ばされた状態になっていた。(1010)面の集積は非常に弱く、低温で押し出したことから(0001)のすべりが支配的になったことが原因と考えられる。

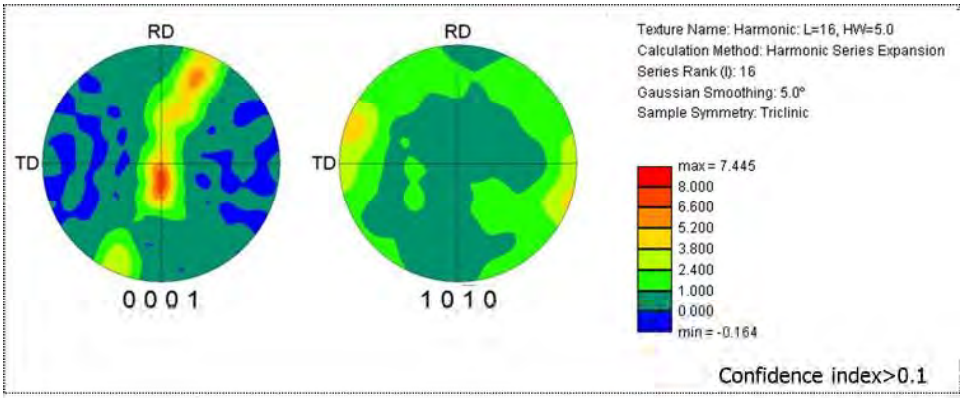


Fig.4.1.29　Pole figure of expansion area

ND から見た反転極点図(Fig.4.1.30)では赤色が濃い傾向、すなわち(0001)面が観察面に平行に多く観察される傾向を示す。これは拡張押出によって、押し出された方向に平行に(0001)面が集積したことが原因と考えられる。また縞状に$(2\bar{1}\bar{1}0)$面が観察されるが、これは CREO 処理によって生じた異方性が拡張押出後まで持ち込まれたものと考えられる。

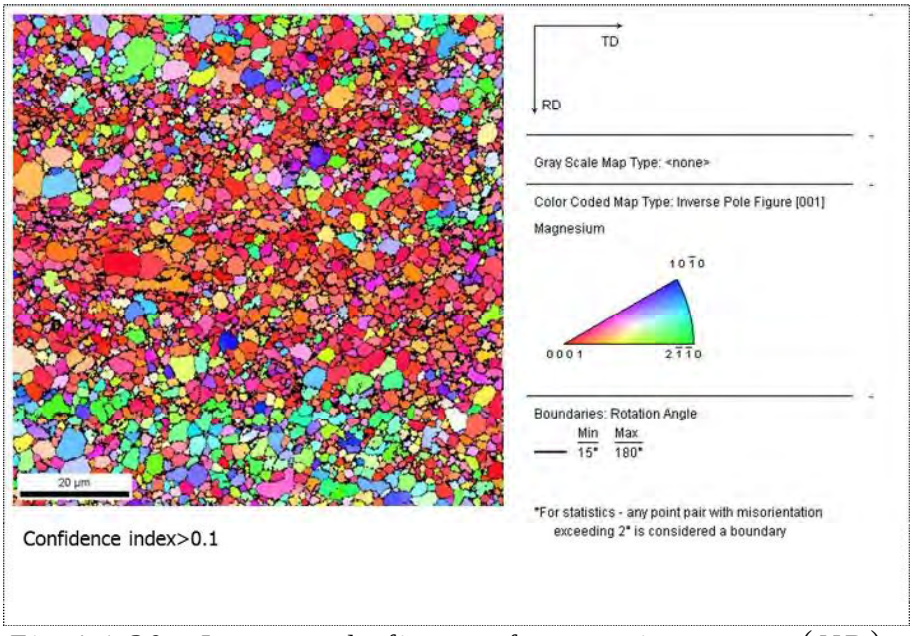


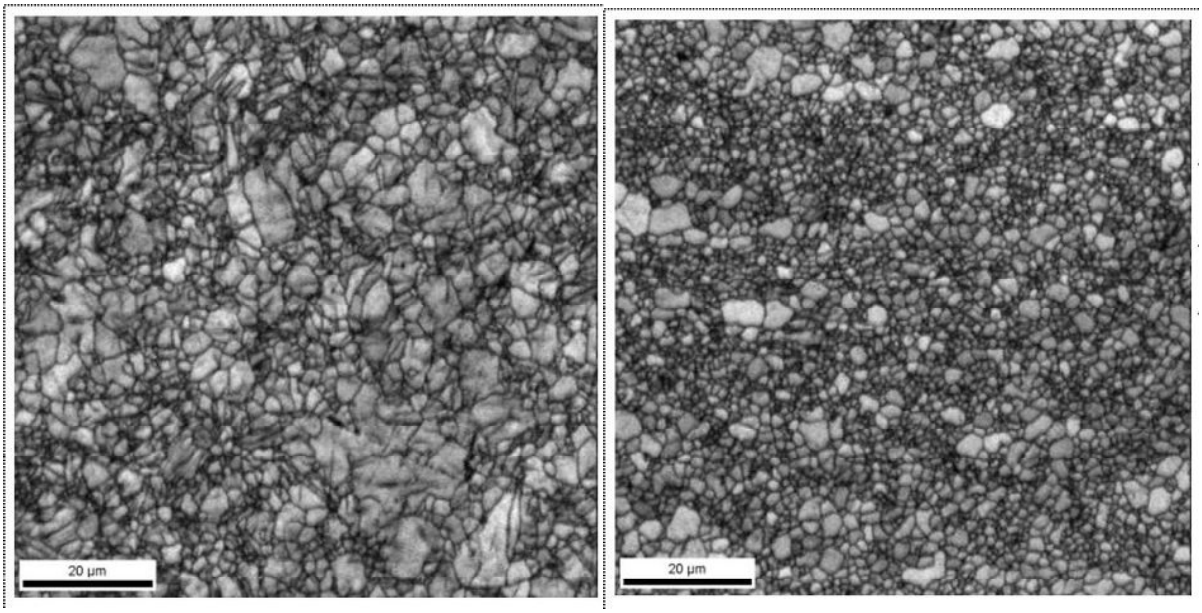
Fig.4.1.30　Invers pole figure of expansion area （ND）

4.1.3.4.3　CREO 処理材の拡張押出による結晶組織の変化

(1)Image Quality の比較

CREO 処理材と拡張押出材の IQ 像を Fig.4.1.31 に示した。CREO 処理材で存在していた約 10μm の粗大粒が消失して、均一な微細組織になっていることが分かった。また拡張押出後は、等軸で十分に再結晶した組織になっていた。粗大粒が消失した原因としては、CREO 処理とは異なった方向で強いひずみが加算される事で、粗大粒が微細化されたと考えられる。粗大粒内には、今回の観察範囲外である 2deg 以下の傾角の粒界を含む小傾角の粒界および転位などが、異なった方向の強いひずみ付与によって結晶の回転を生じて結晶傾角が大きくなったものではないかと考える。更に拡張押出時および完了も継続される 200℃の加熱によって等軸（球形）化が進行したのではないかと考える。

このように CREO 処理によって加工可能な温度を下げることによって、結晶粒の粗大化を抑えつつ、CREO 処理とは異なった方向の大きなせん断ひずみを付与する事で、微細等軸な結晶組織を得ることが可能となった。これにより強度と延性を両立することが期待できる。



(a)　As CREO　　(b)As Extended

Fig.4.1.31　Image Quality of CREO treated AZ61 and expansion area

(2)粒界マップの比較

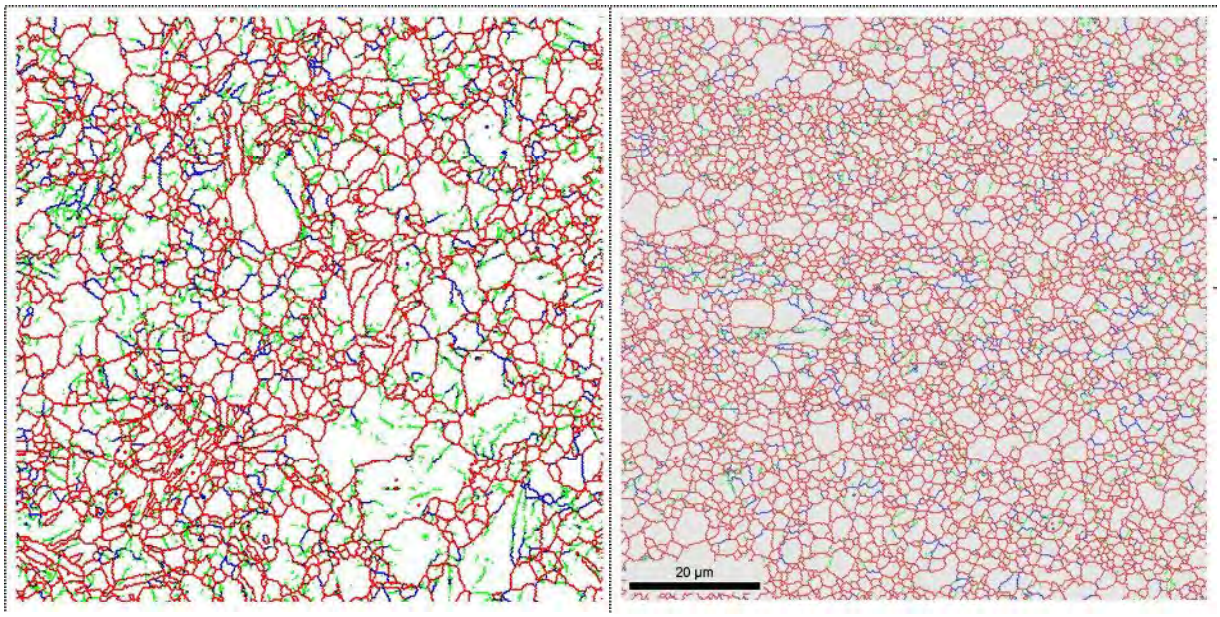
粒界マップ比較を Fig.4.1.32 に示した。

CREO 処理材では 15deg 以上の大傾角粒界が多いものの、15deg 以下の小傾角粒界も多く観察された。特に特に 2～5deg の傾角を有する粒界が、粗大な結晶粒内に観察された。IQ 像では、2deg 以下の更に小傾角と思われるパターンが粗大結晶粒内に観察されることから粗大粒の中にも亜粒界もしくはすべり線のような線状組織が観察され、CREO 処理によるひずみが、加熱捻りの後の急冷によって、完全にひずみが消失するまでの加熱保持時間ではない事が推定できる。

この CREO 処理材を拡張押出することで、小傾角粒界が大幅に減少し大傾角粒界が 80%以上を占める状態となった。（Table 4.1.3）

Table 4.1.3　Portion of each Grain boundary angle

Grain boundary angle	As CREO	CREO+Expansion
15～180deg	69.3%	83.4%
5～15deg	11.2%	9.6%
2～5deg	19.5%	7.0%



(a)　As CREO　　(b)As Extended

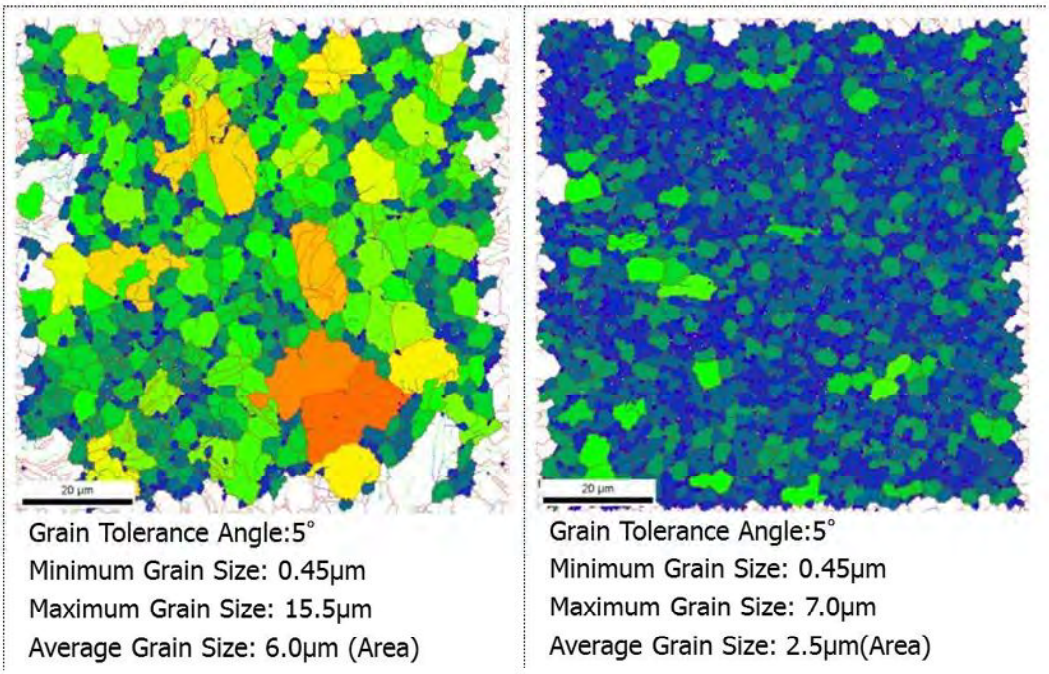
Fig.4.1.32　Grain map

CREO 処理材ではひずみ付与後に急冷処理を行うことに比較して、拡張押出では押出完了後も加熱状態が継続されることから、動的再結晶に静的再結晶が加算された状態ではないかと推定できる。

また CREO 処理とは異なった方向で強いひずみが加算される事で粗大粒が微細化されたことが考えられる。CREO 処理材では比率が高かった 2～5deg の傾角を有する粒界は、異なった方向の強いひずみ付与によって結晶の回転を生じて大傾角化されたものと思われる。

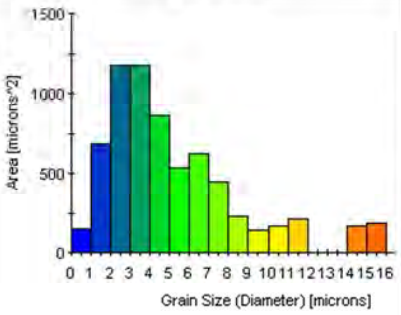
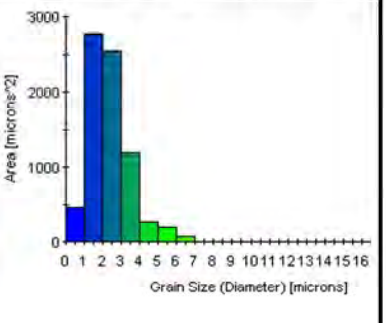
(3)結晶粒系分布の比較

結晶粒系分布を、Fig.4.1.33 は、CREO 処理材では最大 16μm レベルまでに分布していた結晶粒径が、拡張押出によって粗大粒は消失し最大粒でも 7μm まで小さくなった。測定ピッチが 0.3μm であることから、最小粒径 0.45μm については、更に小径の粒界が存在する可能性が残っているが、1～3μm に集中した微細均質な結晶粒系分布を示すことができた。



(a) As CREO (b)As Extended

Fig.4.1.33 Grain map without twin

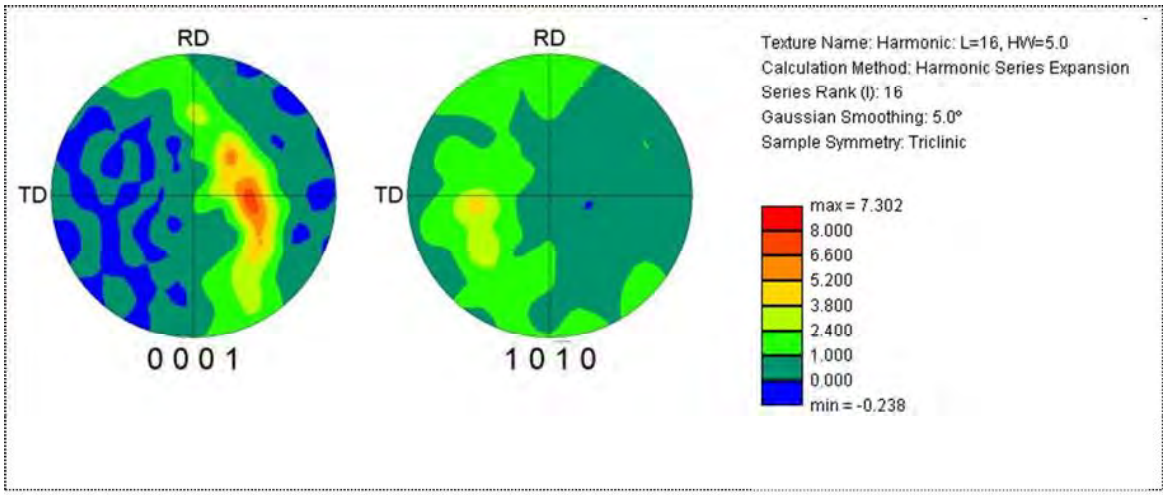
		As CREO	After expansion
Distribution of Grain			
Grain size	Min.	0.45μm	0.45μm
	Max.	15.5μm	7.0μm
	Ave.	5.2μm	2.4μm

Grain Tolerance Angle:5°

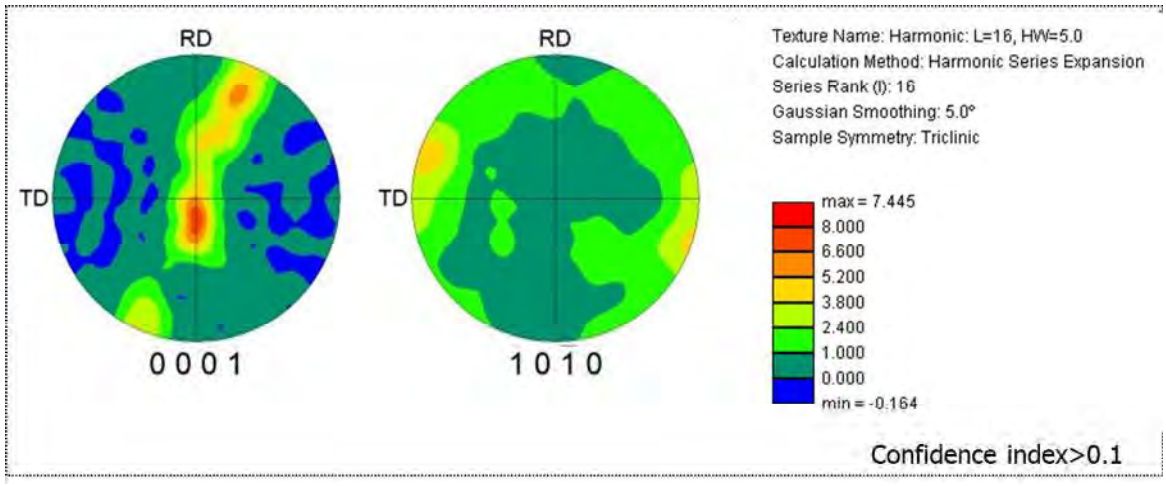
Fig.4.1.34 Transformation of grain size distribution

(4)結晶方位の比較

CREO 処理の捻りひずみが付与されることによって、(0001)面が傾きを生じる事になる。この角度がすなわち結晶方位のズレに一致すると考えられる。また極点図（Fig.4.1.35）では CREO 処理によって、素材段階では押出方向に平行に位置していた(0001)面が、強い捻りひずみによって断面に近い並行状態に並んだ為に生じた結果であると思われる。



(a)　As CREO



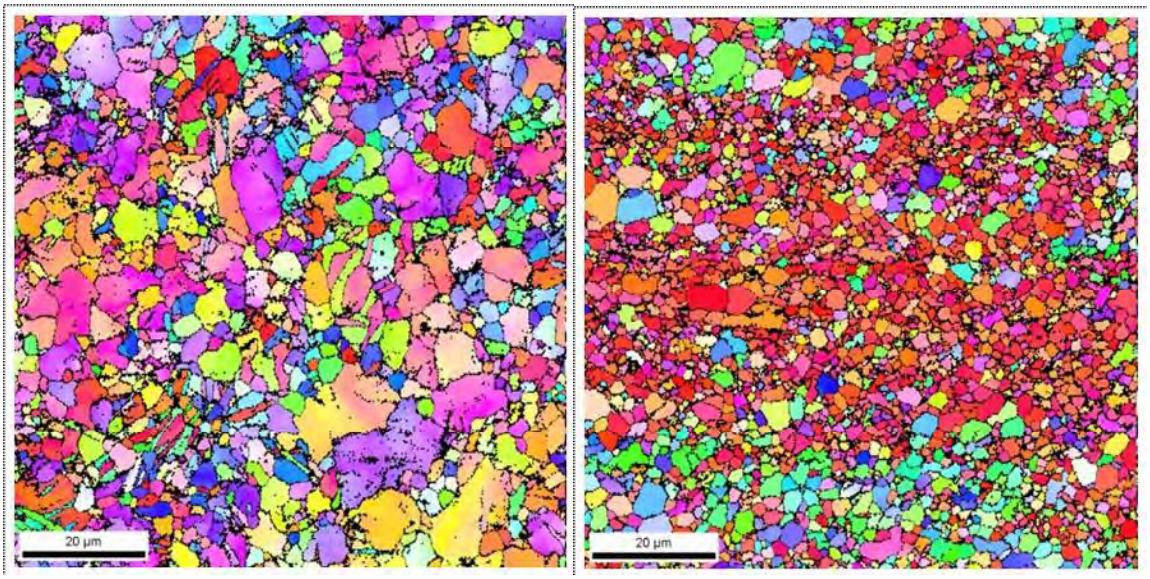
(b)　As Extended

Fig.4.1.35 Transformation of pole figure

拡張押出によって、半径方向に狭い隙間から大きなひずみで直行方向に押し出された事から、押し出された平面に(0001)面が集合し、CREO 処理の影響と思われる(0001)面はねじれた方向に引き延ばされた状態になっていた。

Fig.4.1.36 に示した ND から見た反転極点図では赤色が濃い傾向、すなわち

(0001)面が観察面に平行に多く観察される傾向を示す。これは拡張押出によって、押し出された方向に垂直に(0001)面が集積したことが原因と考えられる。また縞状に$(2\bar{1}\bar{1}0)$面が観察されるが、これは CREO 処理によって生じた異方性が拡張押出後まで持ち込まれたものと考えられる。この CREO 処理の影響残留と思われる組織については、拡張押出条件である押出温度および押出比によって増減することが予想されるが、条件を変化させても傾向は類似することが予想される。



(a)　As CREO　　(b)　As Extended

Fig.4.1.36 Transformation of grain size distribution in area　ND　15～180deg

4.1.3.4　CREO 処理材拡張押出の硬度変化

押出前後で,素材部分の半径方向硬度分布と拡張押出成形された平板（円盤）部の硬度分布を比較した。この結果を Fig.4.1.37 に示した。CREO 処理した素材について、図中の A1～A3 に示した棒素材領域の硬度は約 Hv=76 程度であったのに対して、押出が開始された B1～B3 において硬度上昇が開始される。B 列の中でも押出から最も遠い棒材中心部となる B1 の硬度上昇は相対的に小さくなった。板形状に向けての大きな塑性流動が発生する C 列および D 列では硬度が約 HV=88 程度まで上昇した。この上昇した硬度は、拡張押出された板形状部に維持された。板形状部の硬度は Hv=90 程度となり、CREO 処理素材に対して Hv で約 14 の上昇となり、CREO 処理による硬度上昇と、温度を 200℃に低く設定した拡張押出によるせん断ひずみ追加付与によって大幅な硬度上昇が得られる事が分かった。この結果は、4.1.3.3.3 で述べた CREO 処理材の拡張押出による結晶組織と非常によい一致を示すものであり、CREO 処理と恒温鍛造の組合せによって結晶組織の結晶粒微細化が促進され、更なる硬度上昇が得られる事がわかった。

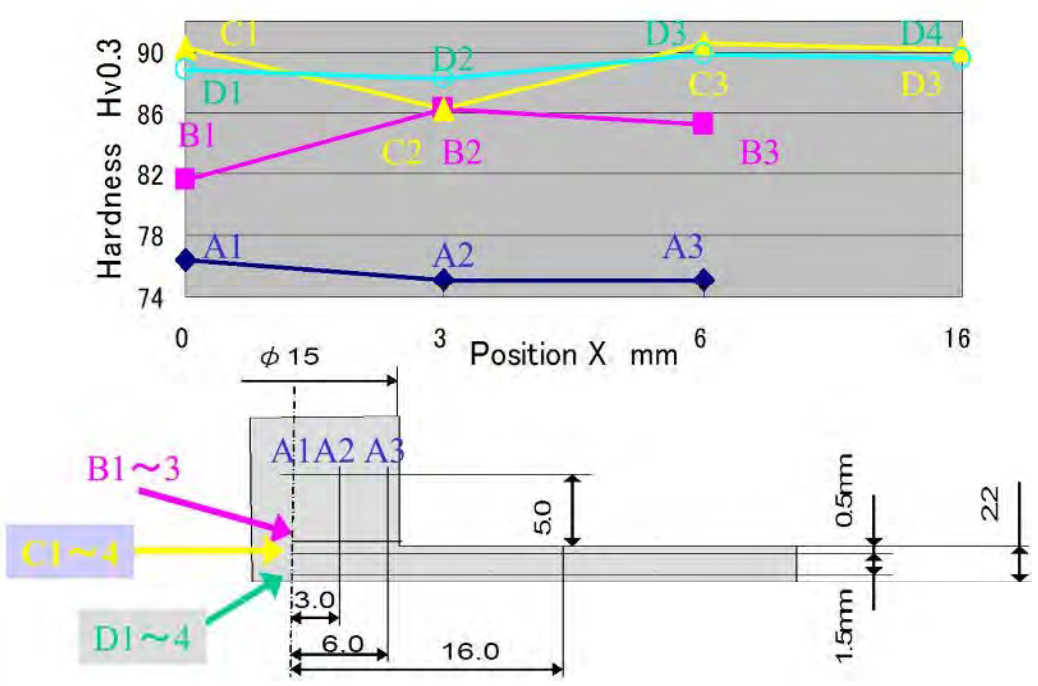


Fig.4.1.37　Hardness distribution of crosss section

4.1.4 結　　言

RMA-CREO 処理と拡張押出成形の組み合わせによって、成形性および結晶組織変化と硬度変化について調べ、以下の結論を得た。

1)マグネシウム合金 AZ61 について、CREO 処理によって 200℃の低温条件で、円盤状の板材成形を行う拡張押出成形が可能となった。

2)CREO 処理の有無によって成形性に大きな差が見られ、特に 235℃以下の低温度条件では、CREO 処理未実施の押出素材において、脆性的な破断を生じた。

3)CREO 処理材においては、マグネシウム合金鍛造温度としては、低温である 200℃において良好な成形性を示した。

4)拡張押出の押出コーナ部で生じる大きなせん断変形によって、更なる結晶粒微細化が得られる事が分かった。

5)結晶組織観察から、CREO 処理材で残留していた粗大粒が、拡張押出によって微細化して、均質微細結晶組織を得ることができた。

6)CREO 処理では、付与されたねじり変形によって斜め方向の集合組織を示したが、拡張押出によって板状部の平面に対して(0001)面が平行して並ぶ集合組織に変化した。

7)CREO 処理で上昇した硬度は、拡張押出によって更に硬度上昇し、CREO 処理材に対して Hv で約 14 の上昇を示した。

8)CREO 処理と恒温鍛造の組合せによって結晶組織の結晶粒微細化が促進され、拡張押出による硬度上昇をもたらしたものと考えられる。

9)拡張押出成形法を使用する大変形付与条件において、高延性の結晶粒微細化材の延性評価について可能性を得る事が出来た。

【参考文献】

1) 日本マグネシウム協会　マグネシウム技術便覧ｐ235-ｐ280

2) 田辺　寛、折笠　仁志
“マグネシウム合金板の塑性加工についての展望”
第 250 回塑性加工シンポジウム　(2006)　p43-49

3) 岩崎　源、坂部　裕司
“マグネシウム圧延版の温間深絞り成形”
第 250 回塑性加工シンポジウム　(2006)　p51-58

4) 山下　友一
“マグネシウム世界の動向－世界の技術開発プロジェクトから見る技動向”
第 252 回塑性加工シンポジウム(2008)　p9-16

5) Katsuaki Nakamura,Koji Neishi,Kenji Kaneko, Michihiko Nakagaki and Zenji Horita
“Development of Severe Torsion Straining Process for Rapid Continuous Grain Refinement”
Materials Transactions,45(2004)3338

6) Yuichi Miyahara , Naoki Emi , Koji Neishi , Katsuaki Nakamura , Kenji Kaneko , Michihiko Nakagaki and Zenji Horita
“Microstructures and Mechanical Properties of Mg alloy after Severe Torsion Straining Process”
Materials Science Forum Vols.503-504 (January 2006)pp.949-954

7) 恵美 直貴、宮原　勇一、根石　浩司、中村　克昭、金子　賢治、中垣　道彦、堀田　善治
“強ひずみ拘束連続加工プロセス”STSP によるマグネシウム合金の微細組織制御”
第 55 回塑性加工連合講演会(2004)　ｐ397-398

8) 中村　克昭、恵美 直貴、根石　浩司、宮原　勇一、金子　賢治、中垣　道彦、堀田　善治
“STSP により結晶粒微細化したマグネシウム合金の恒温圧縮特性”
塑性加工春季講演会(2005)　p303-304

9) 中村　克昭、宮原　勇一、根石　浩司

“STSP による結晶粒微細化 Mg 合金の恒温圧縮特性の検討”
第 56 回塑性加工連合講演会(2005)　p 107-108
10) 宮原　勇一、根石　浩司、中村　克昭
“STSP 加工した Mg 合金における温間圧縮特性のひずみ速度依存性”
第 56 回塑性加工連合講演会(2005)　p 109-110
11) 日本塑性加工学会鍛造分科会　わかりやすい鍛造加工　p113-123
12) 小坂田宏造、石川　孝司、小野　宋憲、森下　弘一、安藤　弘行
精密鍛造（日刊工業新聞社）　p 321-334
13) 中村　克昭
“STSP により結晶粒微細化した Mg 合金の恒温塑性加工による特性改良”
第 57 回塑性加工連合講演会(2006)　p419-420
14)　K.Nakamura
“Rapid Continuous Metal Grain Refinement process “STSP” and its Application to Plastic Forming“
ICCES’07 (2007) p1947-1951

4.2 マグネシウムの角筒押出

4.2.1 緒　言

素材から塑性加工を通して一貫した結晶制御を目指した。すなわち CREO を用いて結晶粒を微細化したマグネシウム合金を、従来に比較して低い温度域にて大変形を与える事により、結晶粒の粗大化を抑制するのみならず更なる結晶粒微細化を進め、機械的特性の更なる向上を期待できる。

また連続性が高い CREO 処理法であるが、回転による捻り変形付与を基本としているために、板状化することが困難であった。そこで 4.2 で報告した拡張押出加工法 [1)~2)]を発展させることで、通常は板材プレス成形を適用するような板形状部品への適用することを考案した。

本研究では、CREO により結晶粒微細化して成形温度を低温化したマグネシウム合金を用いて、恒温状態における角筒形状の押出成形の可能性について調査した。[3)~6)]

一方で、成形温度・成形速度などを制御して、素材から塑性加工完了までを通した結晶制御により、CREO 処理で得られた微細化組織を製品までの維持する可能性について検証した。また CREO 処理にとって導入された微細化組織および転位などを、CREO 処理とは異なった方向に押出成形することで、CREO 処理後を超える結晶粒微細化および機械的特性の向上をはかることを試みた。

角筒形状の成形においては、パンチを素材に押し込んで成形する後方押出が一般的であるが、素材に付与されるひずみ履歴がパンチの押し込み位置で異なり、均一な塑性ひずみ付与が難しい。このため本研究では、上下のダイスにより角筒形状の間隙を形成する。素材を押出パンチにより加圧して、形成された間隙から素材を押出成形する事により角筒形状を得る前方押出成形を採用した。(Fig.4.2.1)

本成形法によって、棒材からの中空部材の成形が可能となるばかりでなく、2 回にわたる大きなせん断ひずみの付与によって、CREO 処理で残留した粗大粒及び、棒材中心部に残留した未微細化領域の、鍛造加工による微細均質化の可能性について検証した。

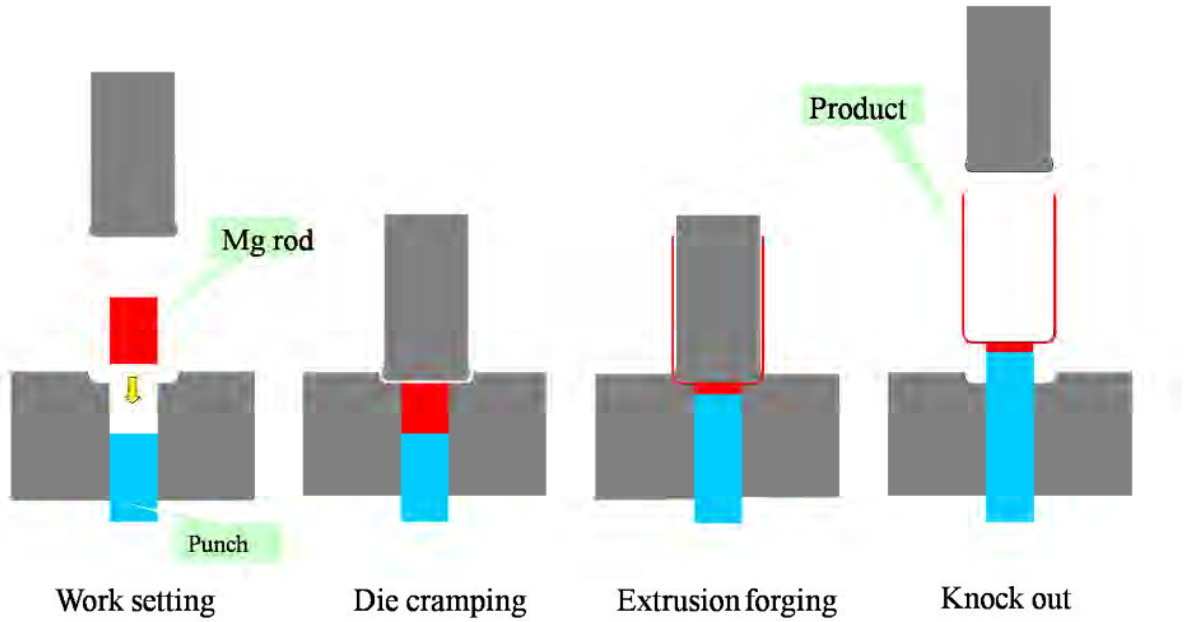


Fig.4.2.1 Schematic illustration of isothermal square tube shaped forging process

4.2.2 実験方法

4.2.2.1 供試材

供試材として構造用マグネシウム合金として普及している JIS-AZ61Φ30 mm 押出材とした。基本成分を Table.4.2.1 に示した。

Table 4.2.1 Chemical composition of AZ61

(mass%).

Al	Zn	Mn	Cu	Si	Mg
6.05	0.76	0.24	0.001	0.01	Bal.

4.2.2.2. 結晶粒微細化処理

(1)処理設備

CREO 処理は、Fig.2.1.18 および Fig.2.1.19 で示した【RN-1】設備にて実施した。

(2)CREO 処理条件

本研究ではΦ30、長さ 2000mm の AZ61 素材を用いて、Tble4.2.2 に示した条件にて CREO 処理を行った。

Table 4.2.2 Condition of CREO

Material	JIS-AZ61
Size of rod	Φ30×2,000mm
Temperature of CREO	350℃
Transfer speed	300mm/min
Rotation speed	8,10,12rpm

4.2.2.3 熱安定性試験

CREO 処理した棒材を大気炉にて再加熱して、熱安定性を確認した。評価は光学顕微鏡による組織観察とビッカース硬度計による硬度分布測定により実施した。熱安定性加熱条件を Table 4.2.3 に示した。

Table 4.2.3　Heating test condition

No	Temperature	Keeping time	Cooling
1	200℃	0.5Hr	FC
2	200℃	2.0Hr	FC
3	250℃	0.5Hr	FC
4	250℃	2.0Hr	FC
5	300℃	0.5Hr	FC
6	300℃	2.0Hr	FC
7	400℃	0.5Hr	FC
8	400℃	2.0Hr	FC

4.2.2.4　角筒押出

(1)試験片

恒温角筒押出成形に用いる素材は、CREO 処理を施した AZ61 棒材をΦ 29.0×60mm に切削加工して作製した。

素材には黒鉛系固体潤滑剤を塗布して乾燥付着させることによって、金型に塗布する潤滑剤との相乗効果により、潤滑を円滑に行うこととした。

(2)金型構造

金型の基本構造を Fig.4.2.2 に、金型図面を Fig.4.2.3 に示す。素材が押し出される下型には一辺 40mm の角形状を彫り込み、上型は一辺 36mm の外寸を設定する事で、隙間 2mm を全周に渡って形成した。パンチにランド（ベアリング）を設けることによって、素材と金型の接する部位は、押出の円筒内および角筒を形成する高さ 5mm の区間のみとして、成形完了した部位は金型から離れることによって金型摩耗を低減する構造とした。

恒温鍛造を実現するためには金型加熱が必要である。金型加熱には、金型内部に発熱体を組み込んだ構造が使用される場合が多いが、多様な形状および構造の金型で成形試験を行うために、ダイセット部分に加熱ヒータを組み込んだ加熱ダイセットを製作した。この構造によって、金型交換が容易に行えることとなった。

金型の温度管理は、金型内に設置した熱電対により、型加熱ダイセットの制御装置にフィードバックして行った。更に、金型表面からの放熱による素材との接触表面の温度低下を補正するために、金型表面温度を表面接触式の温度計で測定して、金型加熱ダイセットの設定温度を調整した。

金型材質として、ダイスおよびパンチの双方共に日立金属製のハイス鋼YKR3（HRc=62～64）を使用した。素材と接触する面についてはラップ仕上げとして焼き付きおよびカジリを低減した。

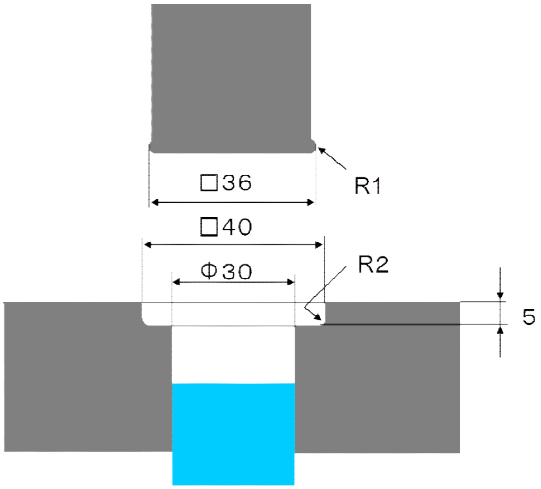


Fig.4.2.2　Schematic illustration of dies

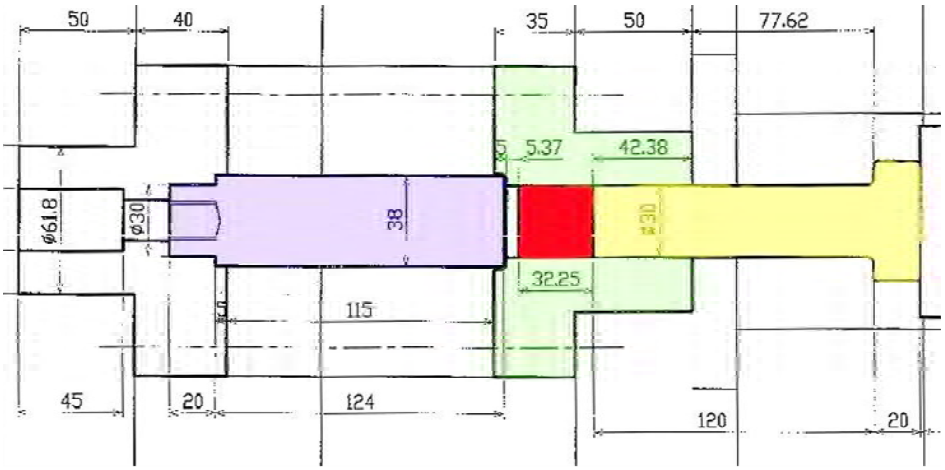


Fig.4.2.3　Principal dimension of die

4.2.2.5　使用プレス

角筒押出成形に使用したプレスは、上下の同軸上に 4 本の油圧 4 シリンダーを有するもので、全てのシリンダーについてサーボ制御がかけられており圧力・位置・速度の制御が可能である（Fig.4.2.4）。

4 本シリンダーの基本性能は Table4.2.3 に示した通りであり、各シリンダーは他のシリンダー操作の影響を受けないように、個々に独立した油圧回路を有しているシステムとなっている。また全てのシリンダーについて、圧力および位置が測定可能となっている。サンプリングタイムは 0.1sec 単位となっている。

本研究の角筒成形ではメインシリンダーおよび 4th シリンダーを使用した。メインシリンダーにより上部ボルスター（金型加熱ダイセット）に取り付けたパンチを下降させて、下方の金型加熱ダイセットに設置した角筒ダイスで間隙を形成した。素材は、4th シリンダーにて上方に向かって押出成形することによって、2mm に設定した角形状の間隙から、材料が押し出されて角筒形状を得ることが可能となる。

成形完了すると、上パンチが上昇して、下型に残った成形品を 3rd シリンダーで取り出す構造となっている。

Fig.4.2.4　Photograph of hydraulic press with 4 cylinder

Table4.2.4　Principal capacities of hydraulic press

Cylinder	Maximum power	Maximum speed	Maximum stroke
Main	2500kN	140mm/sec	800mm
Cushion	1250kN	145mm/sec	300mm
3rd	1250kN	150mm/sec	500mm
4th	700kN	155mm/sec	500mm

4.2.2.6　角筒押出条件

試料・金型共に 180℃及び 200℃に加熱した恒温条件下で成形を行った。押出速度は、4th シリンダーにて、高速側【約 17.5mm/sec】および低速側【0.07mm/sec】に設定した。なお低速側はプレスの制御範囲以下の低速を用いるため、シリンダーの発生圧力を制御することによって、押出荷重とバランスを取ることによって条件を設定した。

すなわち押出成形に必要な荷重に対して、押出シリンダーのリリーフ圧を近接させて設定することで、押出シリンダーが僅かに大きい荷重を発生させることにより非常に遅い成形速度を実現した。条件を選定するために、条件を変えて成形試作を行い、目標の成形速度を得た。

角筒押出成形条件を Table 4.2.5 に示す。成形温度は、結晶粒微細化して発現した低温延性の下限値である 180℃および更に高い 200℃を選定した。

成形速度としてはプレスの最低速度である約 17mm/sec とシリンダーの荷重バランスで得られたスムースなシリンダーの動きを示す最低速度である約 0.07mm/sec を選定した。

金型への潤滑は油性黒鉛を使用し、毎回の成形前に塗布した。

Table 4.2.5　Condition of isothermal square tube shaped forging

No	Forging temperature	Extrusion speed
1	200℃(473K)	17.70mm/sec
2	200℃(473K)	0.07mm/sec
3	180℃(453K)	17.30mm/sec
4	180℃(453K)	0.07mm/sec

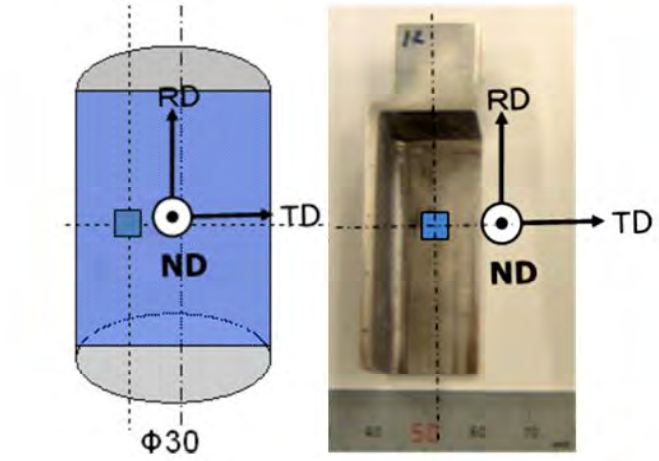
4.2.2.7　解析方法

(1)　光学顕微鏡組織

4.1.2.5 と同じ手法により光学顕微鏡組織を撮影した。

(2)EBSP 測定試料作製

4.1.2.5 と同じ手法により EBSP 用測定試料を作製し観察した。観察位置は Fig.4.2.5 に示した。



(a) CREO rod sample　　(b) Forged sample

Fig.4.2.5　Positions of EBSP measurement

(3)引張試験

引張試験片は、Fig.4.2.6 に示したように標点間距離 8mm、標点幅 4mm、厚み 1mm とし、島津製作所製万能試験機 AGSG 型を用いて、試験速度 500mm/min にて実施した。

棒材からの試験片は Fig.4.2.7 に示したように、棒の中心から半径方向に 10mm の位置から板状に切り出した後に引張試験片形状に加工した。引張試験片の切り出し方向は、棒材の長手（軸）方向に対して、0deg、45deg、90deg の 3 方向とした。

角筒成形サンプルからは、4 辺の板状部分から押出方向に対して、0deg、45deg、90deg の 3 方向について、短冊状に切り出して引張試験片を加工した。

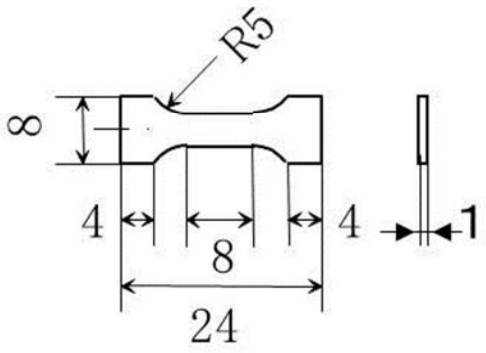


Fig.4.2.6 Dimension of tensile test piece

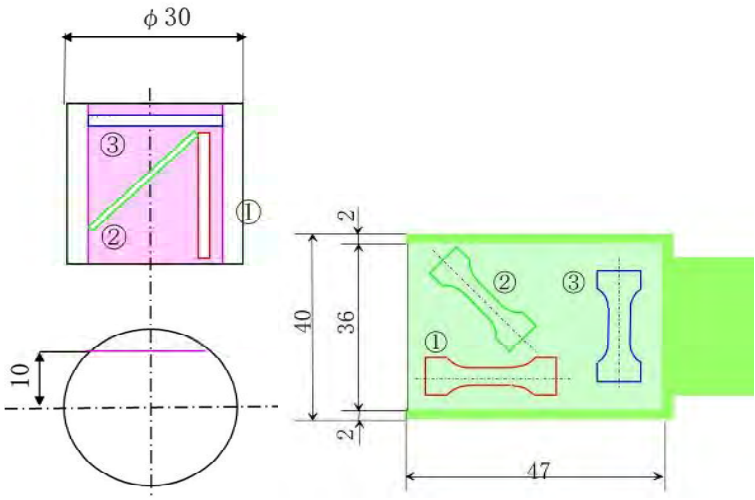


Fig.4.2.7 Cutting out positions from CREO rod sample and forged sample

4.2.3　実験結果および考察

4.2.3.1　CREO 処理による結晶組織変化

1)素　材

AZ61 マグネシウム合金素材の結晶粒を SEM-EBSP にて観察した結果、Fig.4.2.8 に示したように十分に焼鈍された等軸の再結晶組織を示した。約 30μm の粗大粒と 5～10μm の比較的小径の結晶粒が混在した組織を示した。粒内には、双晶およびひずみの残留などは観察されなかった。

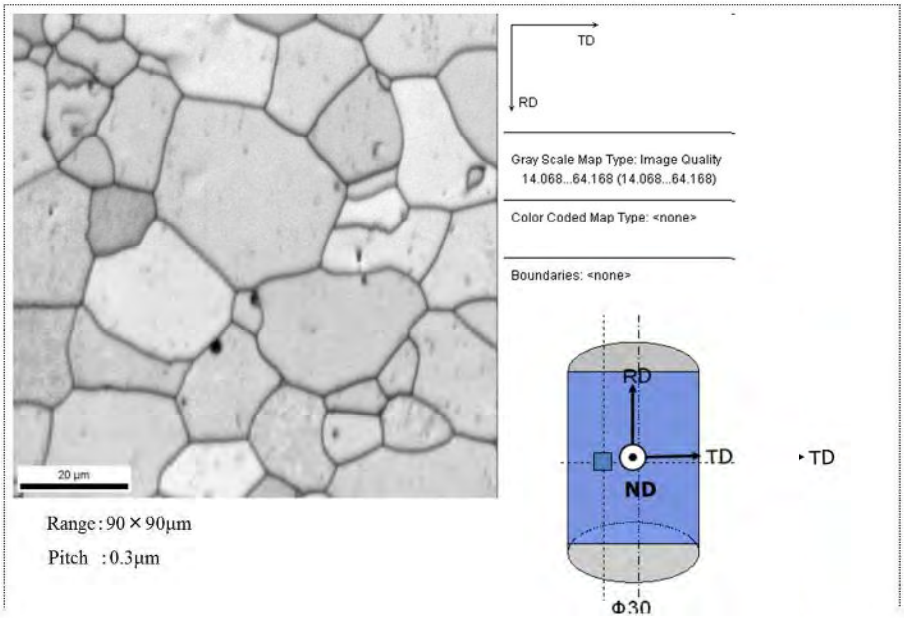


Fig.4.2.8　Image quality of raw material rod

結晶方位は、ほぼ(0001)面が棒材の長手方向に並んだ組織となった(Fig.4.2.9)。これは棒材製造工程である熱間押出において、容易すべり面である(0001)が押出方向に並行に並んだこと原因と考えられる。

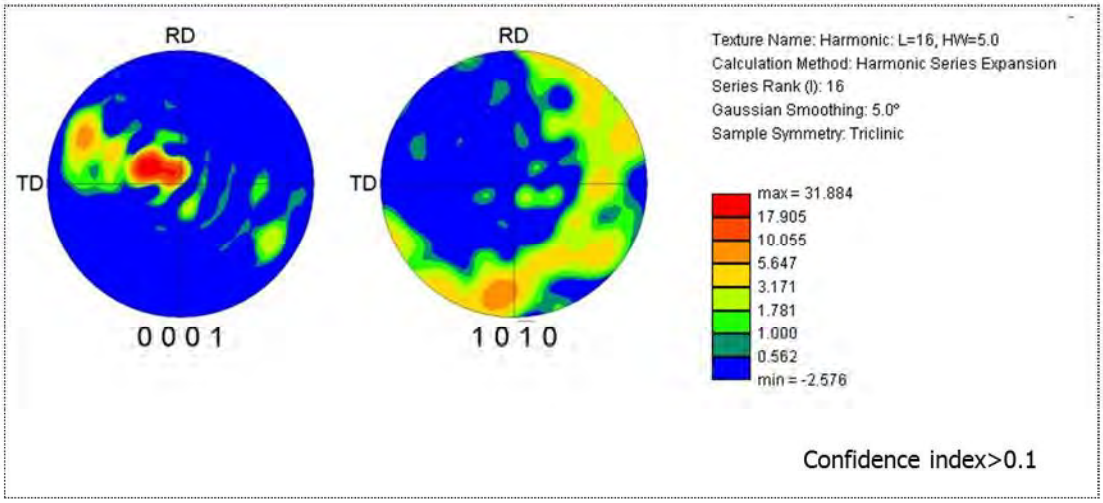


Fig.4.2.9　Pole figure of raw material rod

結晶方位分布マップを Fig.4.2.10 に示した。(0001)面が集積しており、部分的に(1010)　$(2\bar{1}\bar{1}0)$面が観察された。観察領域の範囲では、(0001)面近傍の面を持つ結晶粒は粗大化傾向を示し、他の面は相対的に小径となった。これは(0001)面が主として形成され、他の面が補完的な位置づけとなっているのではないかと考えられる。

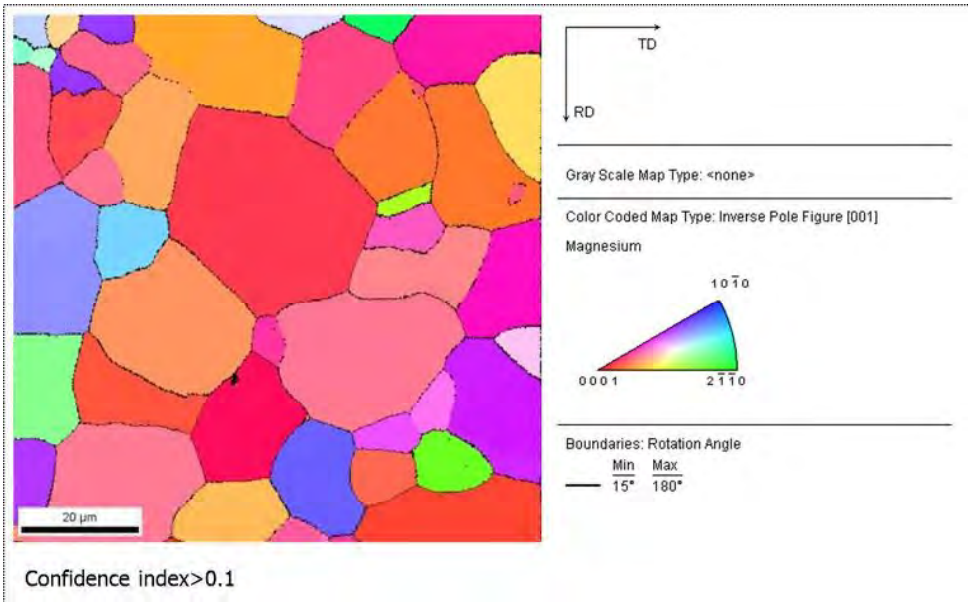


Fig.4.2.10 Orientation distribution map of raw material

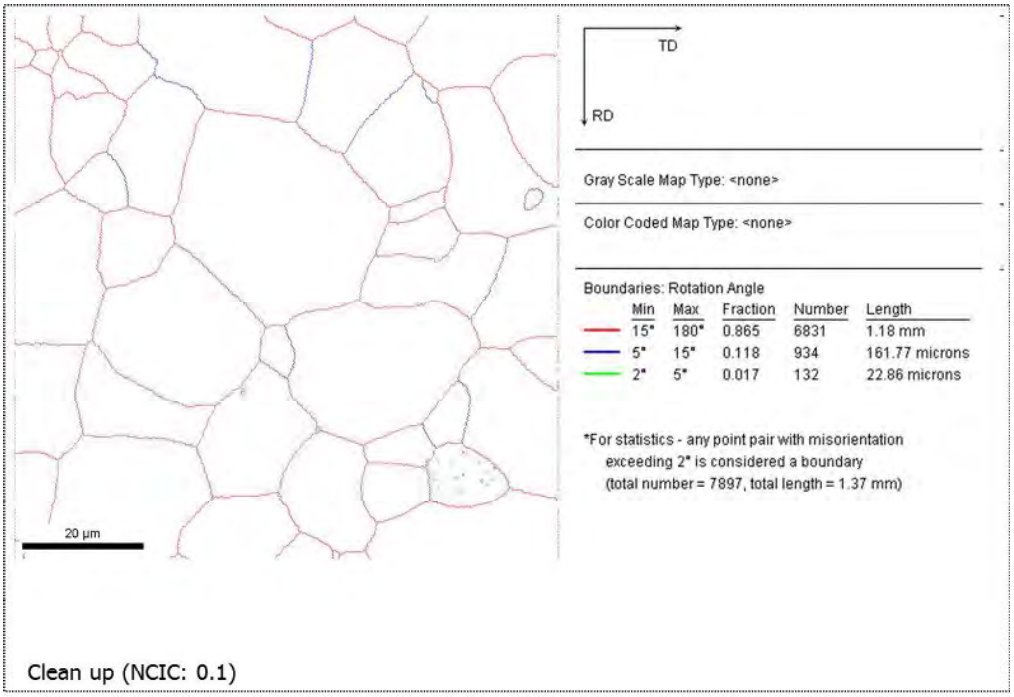

TD
RD
Gray Scale Map Type: <none>
Color Coded Map Type: <none>
Boundaries: Rotation Angle
Min Max Fraction Number Length
15° 180° 0.865 6831 1.18 mm
5° 15° 0.118 934 161.77 microns
2° 5° 0.017 132 22.86 microns
*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary
(total number = 7897, total length = 1.37 mm)
20 µm
Clean up (NCIC: 0.1)

Fig.4.2.11 Grain boundary map of raw material

結晶傾角は Fig.4.2.11 に示すように大傾角粒界が大半を占めており、15deg 以上の傾角を有する粒界が 86.5%を占めた。2～5deg は粒内の一部に観察されるが、研磨剤の残留部もしくは粒内析出部が起点であり結晶粒界とは考えられない。

5～15deg の粒界が 11.8%の比率で観察されるが、これは結晶粒の整合性を得るために生じた補完的な意味合いで出てきたものと考えられる。

基本的に粗大粒であり、観察視野内の結晶粒数が少ないことから精度が充分とはいえないが、結晶傾角 5deg 以上における結晶粒度分布を Fig4.2.12 に示した。10μm レベルの小径と、18μm および 25μm 以上のグループに分かれる傾向が見られた。

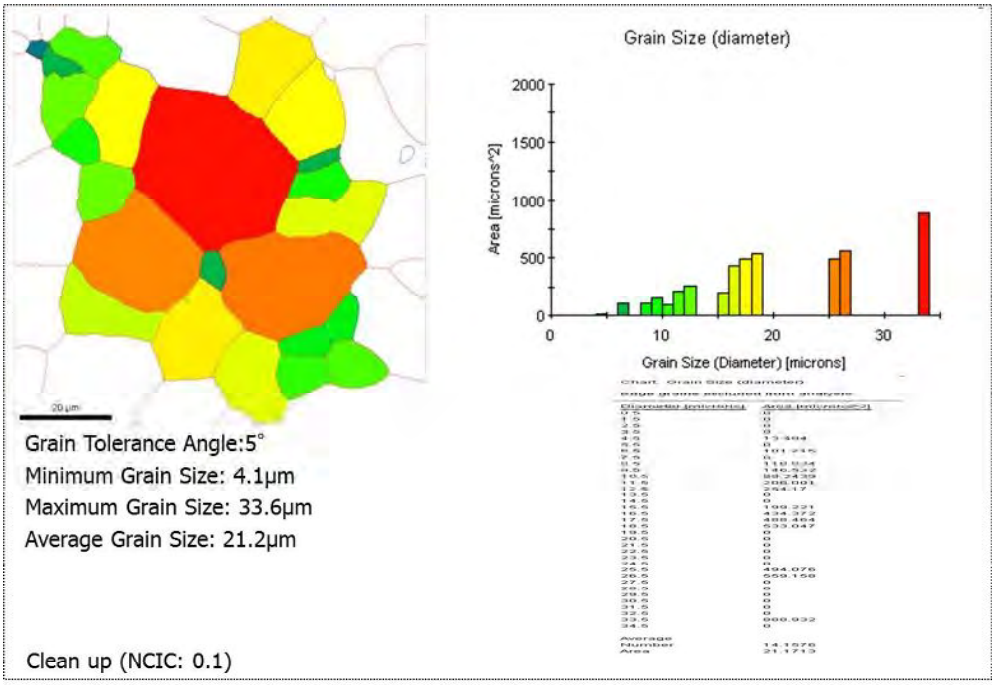


Fig.4.2.12 Orientation distribution map and grain size distribution of raw material 5degree

(2)CREO 処理後の結晶組織

①Image Quality 観察結果

押出を行う棒材部、すなわち CREO 処理部分は、約 10μm の粗大粒が散在するが、大半は 3μm 以下の微細粒であった。（Fig.4.2.13） 微細粒に関しては、今回使用した EBSP の分析精度越えて分解できていなかった。このため非常に微細な結晶粒もしくは転位などが残留している可能性が高い状況であった。この黒く EBSP で分解できていない微細結晶粒もしくは転位が集合していると推定される領域がバンド状に観察された。

粗大粒の内部には筋状のひずみ残留が観察された。次工程である鍛造における温度・加工度・加工方向・加工速度等を制御することによって、粗大粒を微細化することが期待できる。

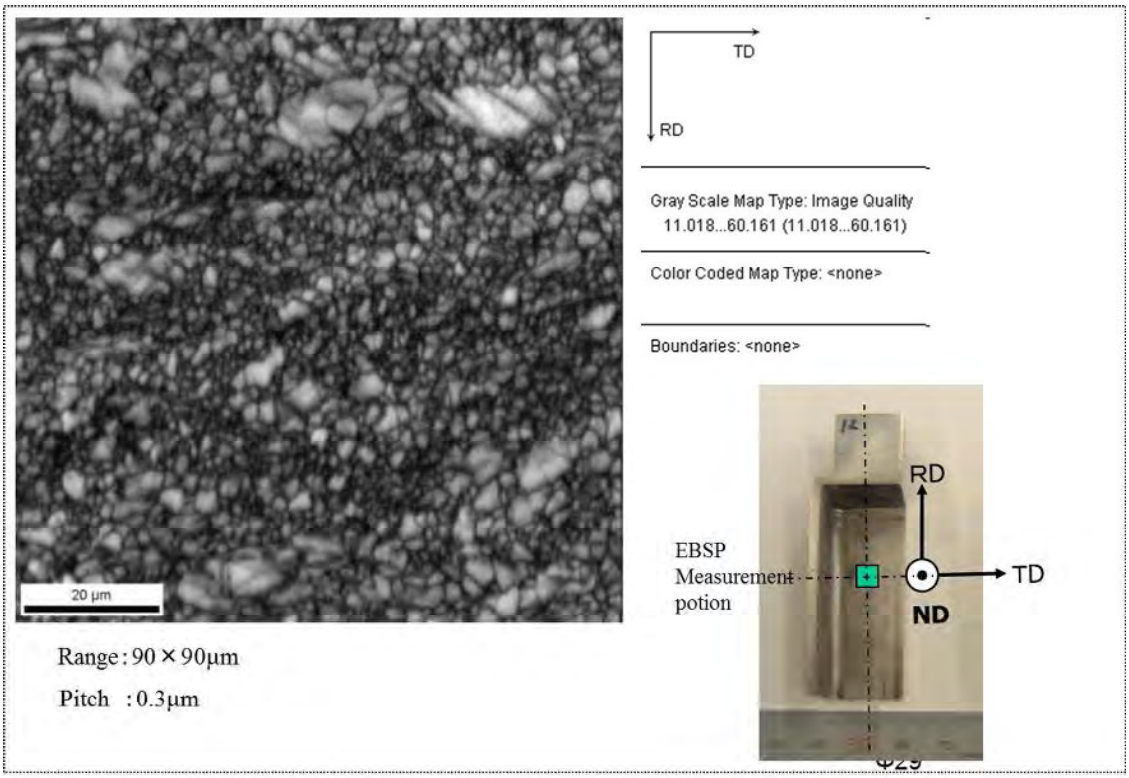


Fig.4.2.13 Image quality of CREO treated material

CREO 処理材の正極点図を Fig.4.2.14 に示した。入手材である押出棒材では、軸方向に熱間押出加工されることから、(0001)面が押出方向に垂直に並ぶことを Fig.4.2.9 に示した。CREO 処理の捻りひずみが付与されることによって、(0001)面が傾きを生じる事になる。今回の CREO 処理は、Φ30 素材をねじり回転数 8rpm、送り横移動速度 300 mm/min で行ったため、37.5mm の移動距離で 1 回転する事になる。これは外周の展開長を考えた場合、周長 =30×π 94.2mm（1 回転の距離）であり、棒材の軸方向からの傾きは tan-1(94.2/37.5)=68.3deg となる。これは拡張押出で使用した CREO 素材の 72deg と類似した角度となっていた。

この捻りによって付与された角度がすなわち結晶方位のズレに一致すると考えられる。

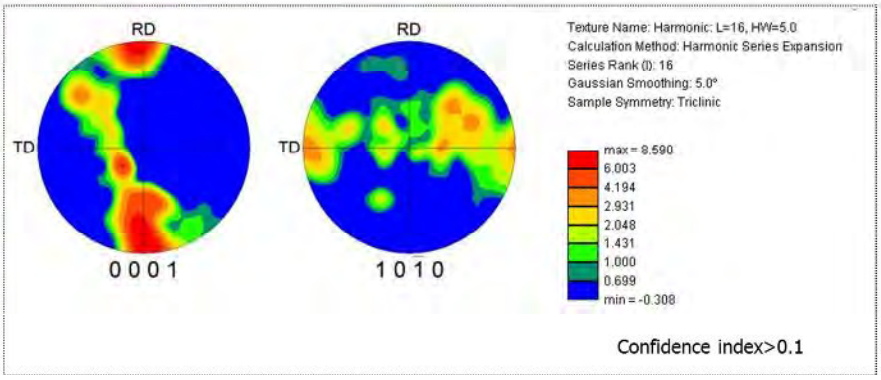


Fig.4.2.14 Pole figure of CREO treated material

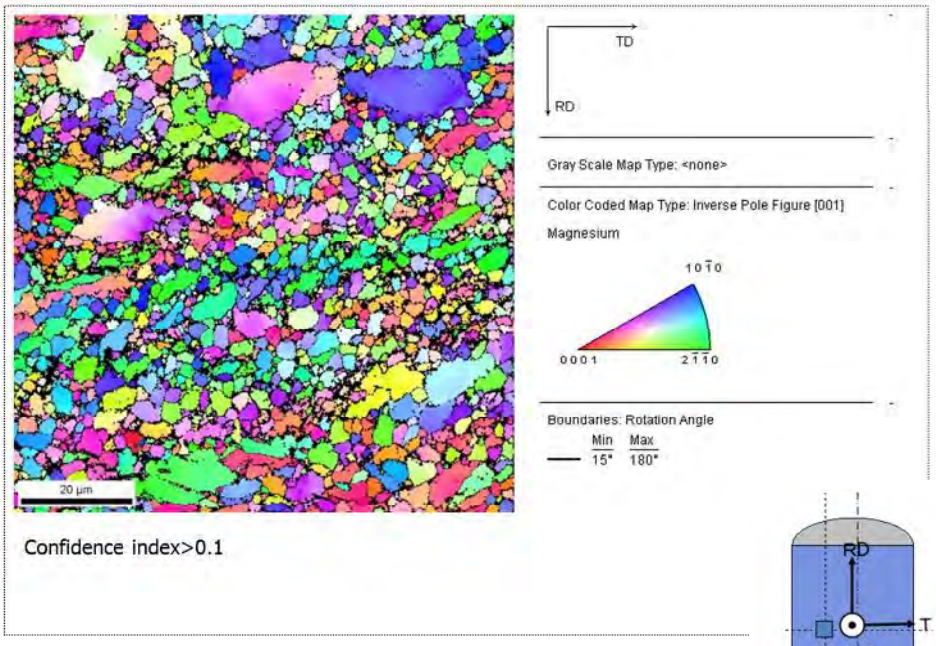


Fig.4.2.15 Orientation distribution ma
of CREO treated material

Fig.4.2.15 に示すように ND から見た結晶方位マップでは、各方位がランダムに分布する傾向を示した。同一方向を示す粒がバンド状に並ぶ傾向を示しており、CREO 処理によるせん断ひずみがバンド状に付与された結果であると考えられる。

EBSP による結晶粒界の判定角度を【2～5deg】【5～15deg】【15～180deg】に分割して、粒界マップを測定した。（Fig.4.2.16）15deg 以上の大傾角粒界が約 72.9%と大半を占めているが、5～15deg の範囲も 13.2%を占め、2～5deg も約 13.9%と多く観察された。

素材の組織が残留していると思われる粗大粒の中に小傾角の線が観察される。これは CREO 処理により付与されたひずみが粗大粒内に入り始めているものの、粒を微細化するほどのひずみ量が付与されなかったため、2～5deg の傾角を有する粒界が、粗大な結晶粒内に観察されたものと思われる。

IQ 像では、2deg 以下の更に小傾角と思われるパターンが粗大結晶粒内に観察されることから粗大粒の中にも亜粒界もしくはすべり線のような線状組織が観察され、CREO 処理によるひずみが、加熱捻りの後の急冷によって、完全にひずみが消失するのには不十分な加熱保持時間である事が推定できる。

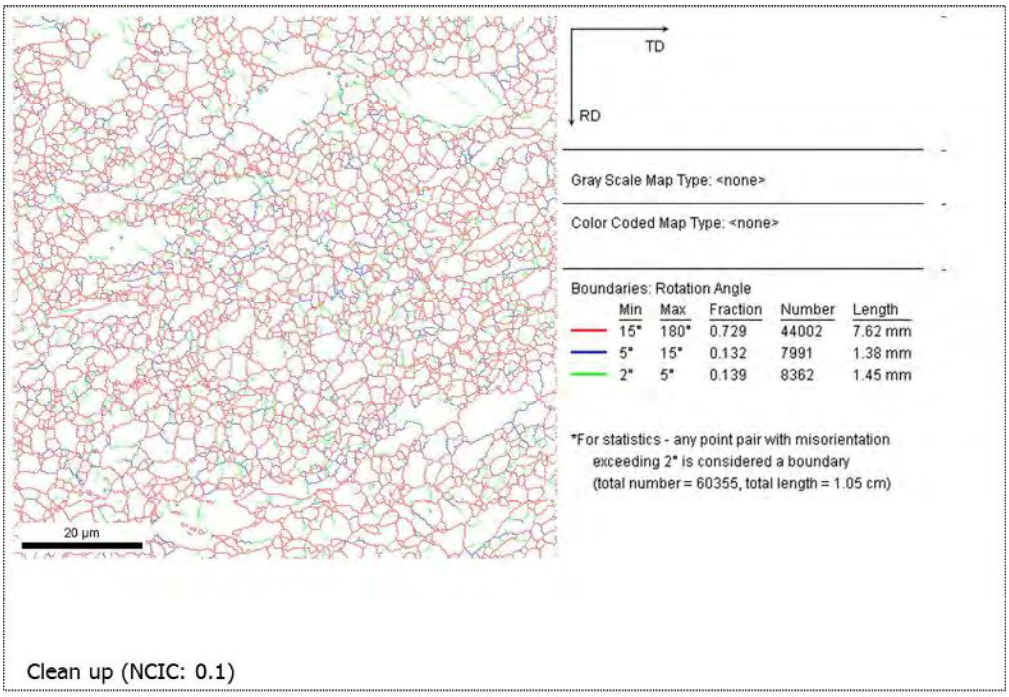


Fig.4.2.16 Grain boundary map of CREO-treated material

Fig.4.2.17 に、結晶傾角 5deg をしきい値とした粒径分布を、Fig.4.2.18 に 2deg しきい値の粒径分布を示した。両者の比較で、5→2deg で分布変化を見ると、1～2μm の小径の粒が増加していることが分かる。また 15μm レベルの粗大粒が 2deg では小径化していることが分かる。すなわち粗大粒の一部が 1～2μm に 2～5deg の傾角の結晶で分割されていることが分かった。

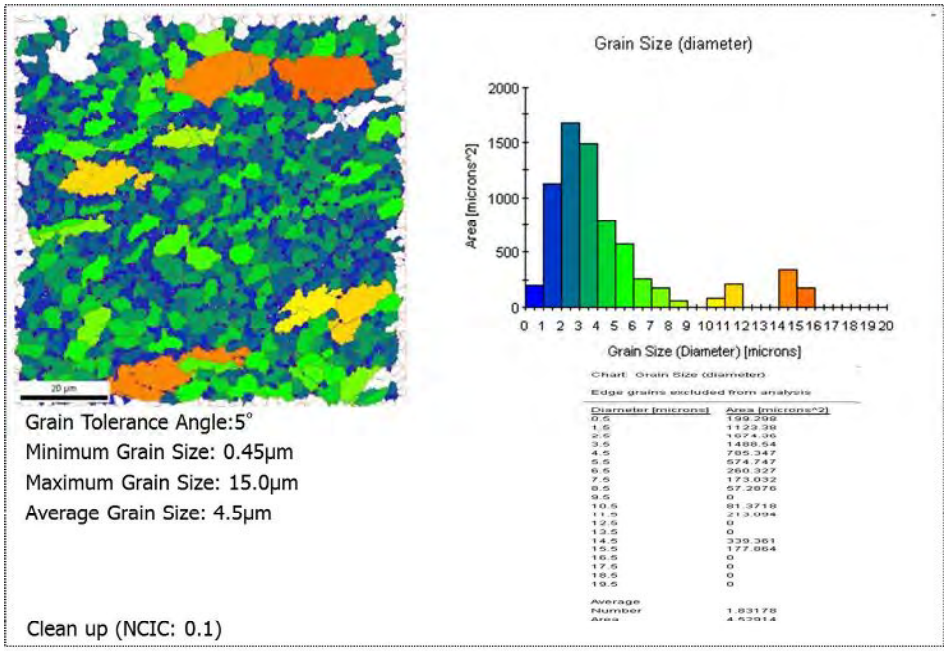


Fig.4.2.17 Distribution of grain with boundary angle less than5deg of CREO treated material 5deg

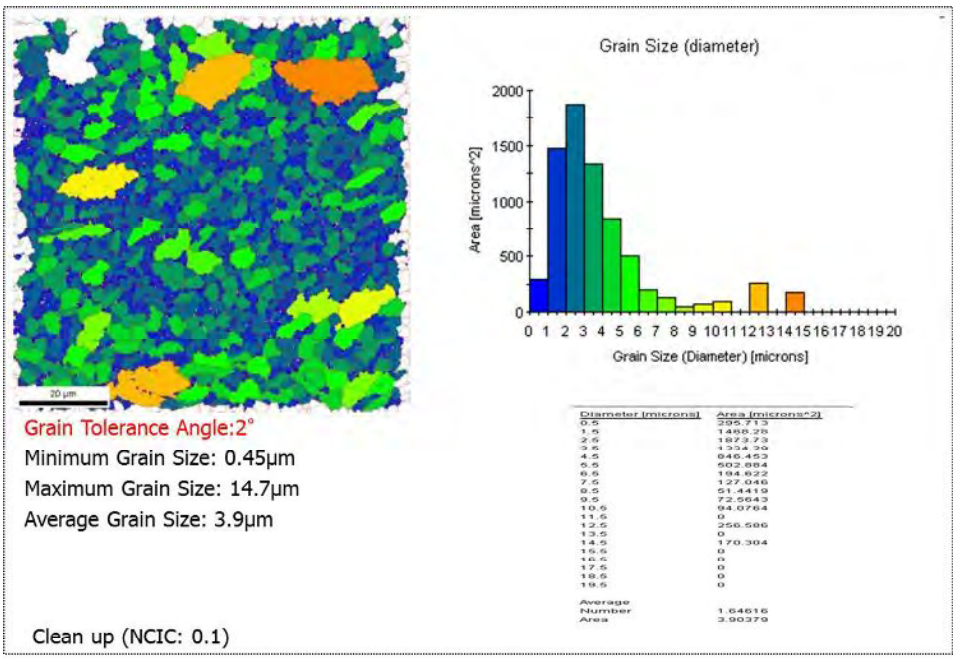


Fig.4.2.18 Distribution of grain with boundary angle less than5deg of CREO treated material 2deg

4.2.3.2　熱安定性試験結果

CREO 処理した AZ61 マグネシウム合金を大気炉にて再加熱し、結晶組織変化を調べた。Fig4.2.19 に示したように、200℃の再加熱までは変化は見られず、250℃では再結晶と軽微な粗大化傾向を示した。300℃以上では顕著に粗大化し、特に長時間側では 50μm 以上の粗大粒になることがわかった。

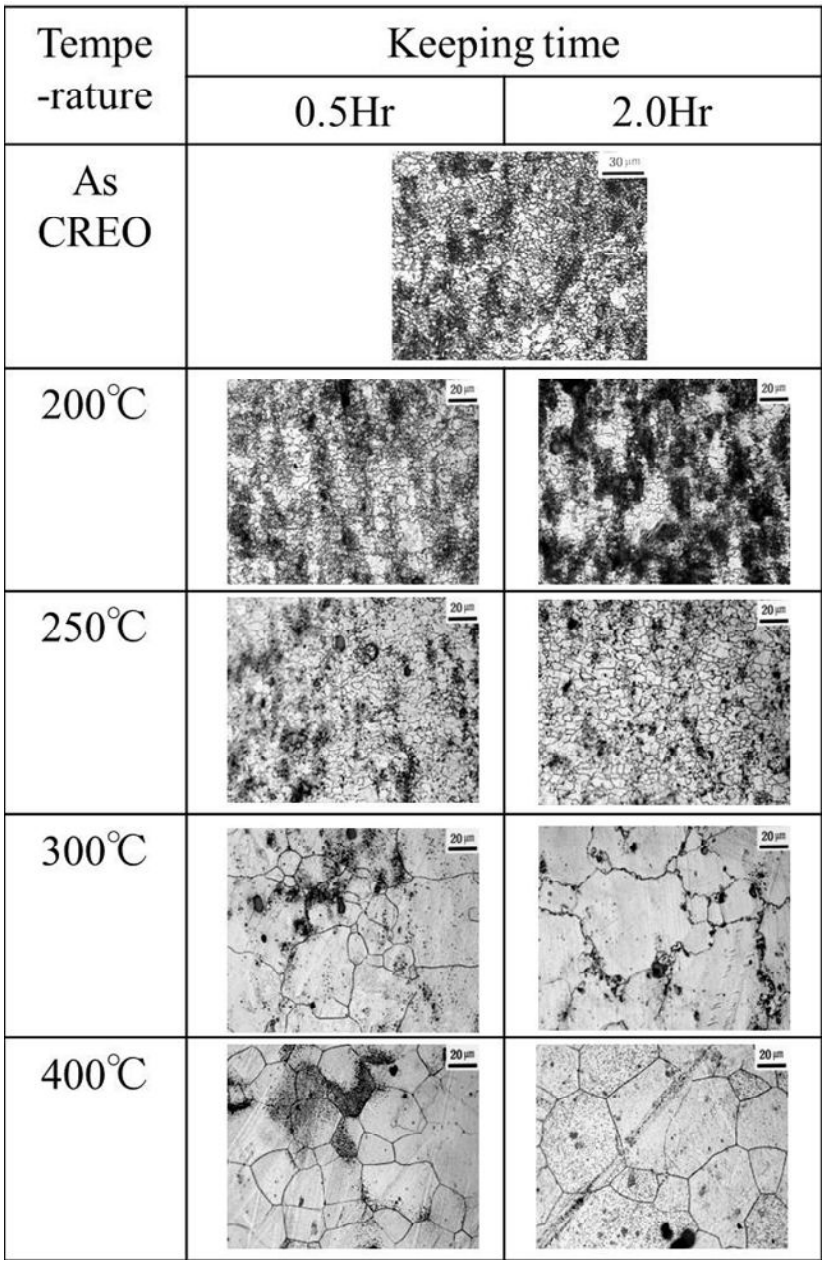


Fig 4.2.19　Microstructure after annealing

再加熱後の硬度分布を測定した結果を Fig.4.2.20 に示した。250℃×2Hr から硬度低下が観察され、300℃以上で大幅な硬度低下を示した。表面の硬度低下が顕著であったが、これは電気炉の構造から外周部から熱が伝播したことで生じたものと思われる。

一方、200℃の再加熱では、熱処理を施していない As CREO 材に比較して、若干の硬度上昇が見られた。これは時効硬化によるものと思われた。

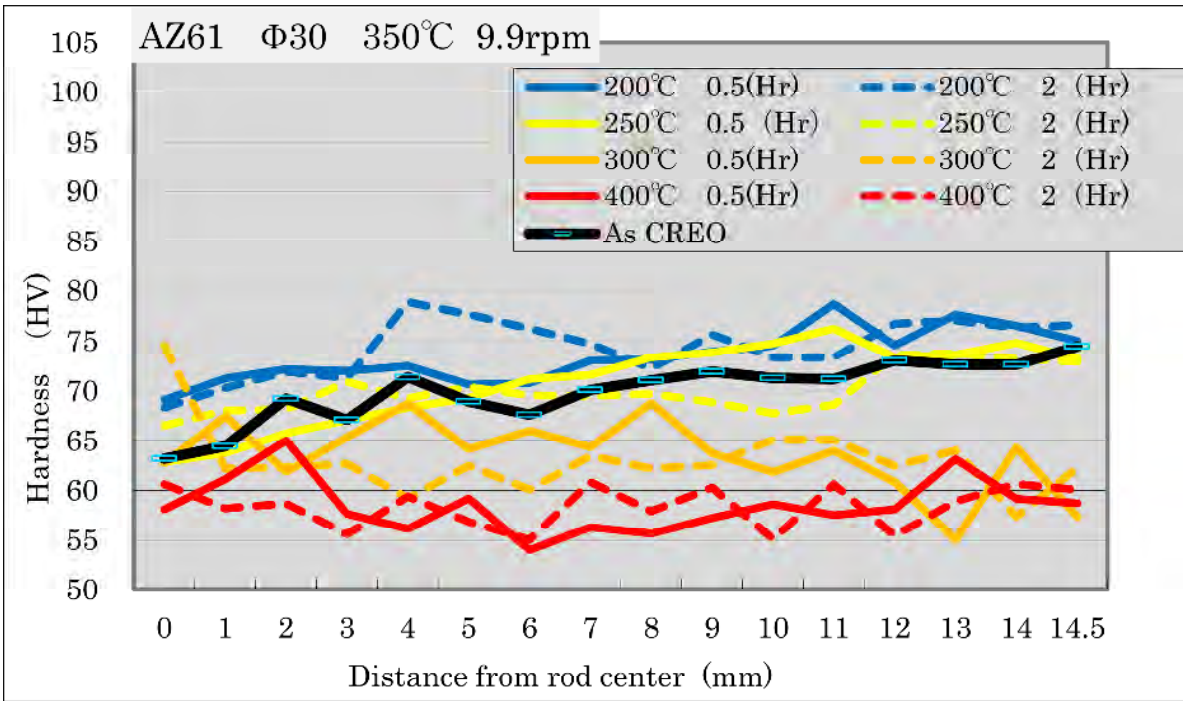


Fig.4.2.20 Hardness distribution of CREO treated AZ61 after heating

棒材の硬度分布と結晶組織を比較するため、2mm 間隔で撮影した光学顕微鏡組織を Fig.4.2.21 に示した。

200℃の再加熱では、光顕組織の変化は見られず、250℃で 2Hr 加熱した条件で、部分的に粗大粒を生じたことが観察された。300℃では急激に粗大化し、特に表層部の粗大化が顕著であったが、棒材中心部では結晶粒が小さくなる傾向が見られた。

光顕組織と硬度分布には強い相関が見られ、結晶粒の粗大化に伴い硬度低下を招く。

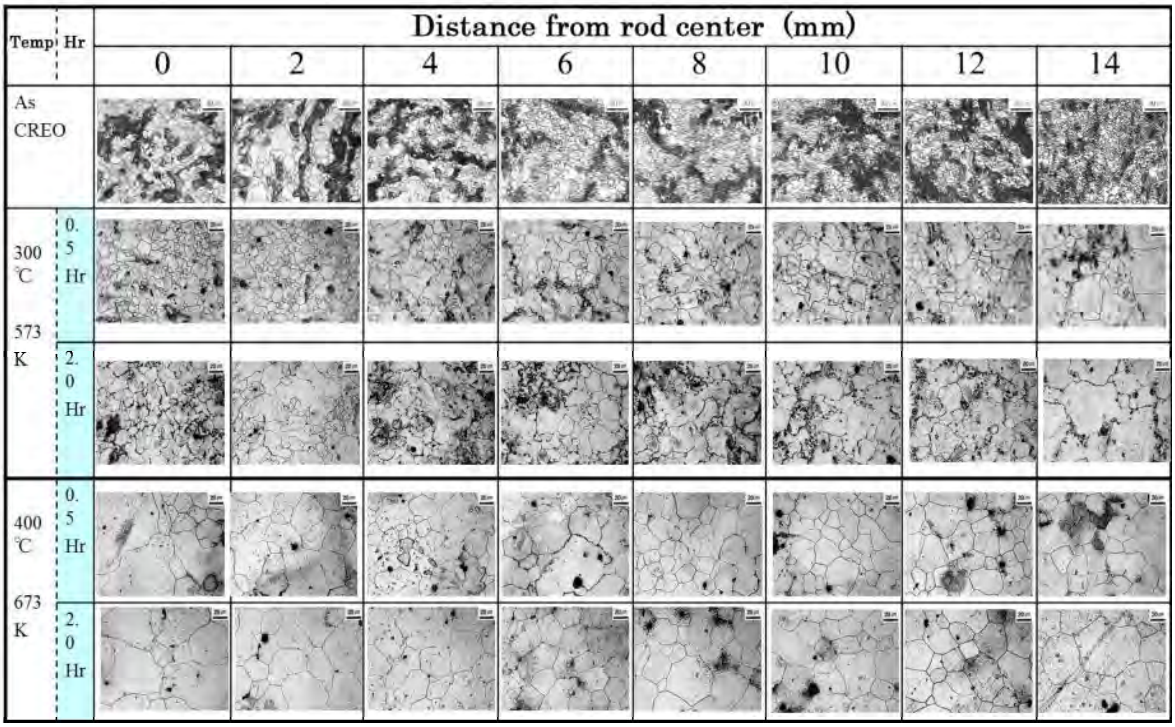


Fig.4.2.21 Microstructure after annealing 【200℃ 250℃】

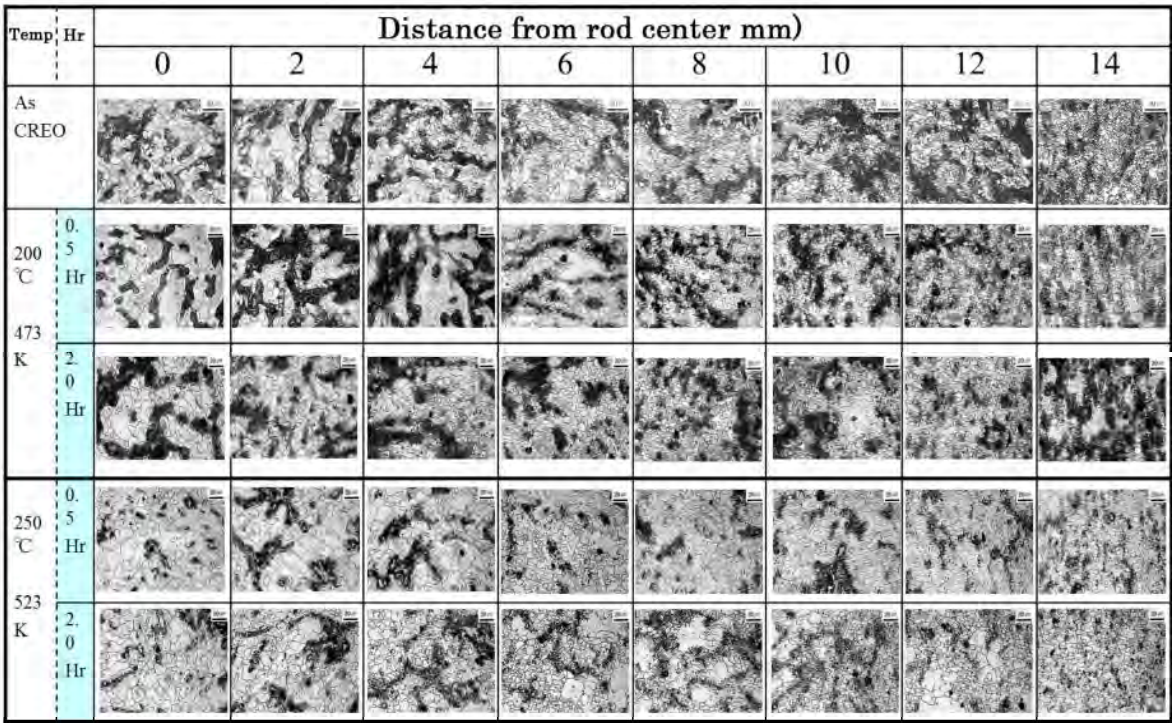


Fig.4.2.22 Microstructure after annealing 【300℃ 400℃】

4.2.3.3　角筒押出結果

1)成形性と成形荷重変化

角筒押出成形の進捗状態を Fig.4.2.23 に示した。角筒押出に際しても、棒材から半径方向の間隙に材料流動が発生する状態は、拡張押出と同様に半径方向に同心円状に拡張していた。拡張された円盤状材料は、棒材端面から最も近い距離にある角筒の辺に最初に達する。そして角筒形状へ移行するコーナ部で曲げられた。（Fig.4.2.23(b)）コーナ部の屈曲による抵抗で、四角底辺のコーナ部の充満が追いついてきて、結果的には四角底辺の底部に材料が充満してから、角筒の長手方向への成形が進行する事が分かった。すなわち拡張押出の進度にかかわらず、角筒部の成形は角筒の間隙からの均一押出で決定する事が分かった。

この事により、角筒のみならず種々の形状に対して、同様の手法が適用可能であることが推定できる。

(a)　(b)　(c)　(d)　(e)　(f)

Fig.4.2.23　Appearance of square-shape cylinder forming at each step

成形荷重～ストローク線図を Fig.4.2.24 に示した。四角底辺に材料が充満するまでは荷重が急激に上昇し、角筒押出状態に入ってからは非常に緩やかに荷重が低下していくことが分かった。成形荷重は、【素材の変形抵抗】と【素材と金型の接触抵抗】の和と考えることが出来る。変形を受ける領域は丸棒から角筒形状に変化する領域に限定されるため、材料の変形抵抗は成形の進度に対して変化せずに一定であると考えられる。素材と金型と接触抵抗について考

えると、四角底辺から角筒へ変形する領域の面積は一定であり変化しない。そこで素材と金型と四角底辺これは押出の進行に伴い押し出される棒材の長さ、すなわち棒材部の素材と金型の接触面積が減少することによって緩やかな荷重変化が生じたもの考えられる。

ただし変形の進行に従って、潤滑剤の膜厚は減少することが容易に推定でき、かつ金型の表面損傷も発生拡大していくことが予測できることから、荷重の減少量は、金型の幾何学形状によって決まる値よりも更に緩やかになっていることが推定できる。

以上によって、断面減少率が一定の場合には、成形荷重は押し出される棒材部の金型との接触面積、すなわち棒材の長さに比例することが分かる。棒材の長さが短ければ成形荷重は低くなり、長ければ荷重は大きくなることが予想される。

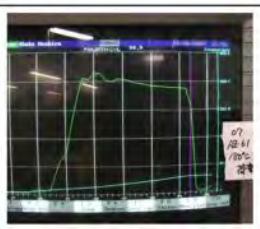
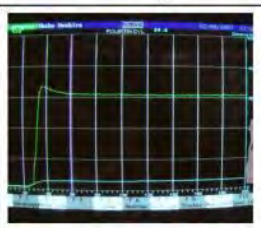
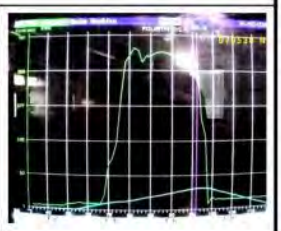
No.		12	15	17(参考)
CREO Condition	Temperature	350℃		330℃
	Rotation speed	8rpm		10rpm
	Transfer speed	300mm/sec		300mm/sec
Test pieces Size		φ29×60mm （Machining after CREO）		
Forging condition	Temperature	180℃(453K)		200℃(473K)
	Forging speed	17.30mm/sec	0.07mm/sec	20.1mm/sec
	Lubricant	Solid type		
				

Fig.4.2.24　Forming condition and load stroke diagram

Fig.4.2.25 に示すように成形品の表面状態は良好であり、特に外周部は非常に良好な表面であった。一方、内側については擦痕が観察された。これは外周部が、棒素材の外周部に塗布された潤滑剤が外周部形成の型接触部にまで持ち込まれることから十分な潤滑が行われているためであると考えられる。一方、内側はパンチに塗布された潤滑剤と棒材端面の潤滑剤が成形に伴って引き延

ばされていることから潤滑剤の膜厚の減少が顕著であることが推定できる。特に成形が進行するにつれて潤滑剤が不足する状態となる。これは成形品の内側の観察からも、容易に確認することが可能である。内側の棒材側である、後で成形された領域になるほど、潤滑剤が消失し、マグネシウムの素地が露出してきており、傷も深く顕著になってくる。

パンチ側の潤滑は非常に難しいことから、最も容易な対策としてパンチ材質の変更および表面処理により、素材と金型材質の親和性を低下する方法が効果的と考えられる。

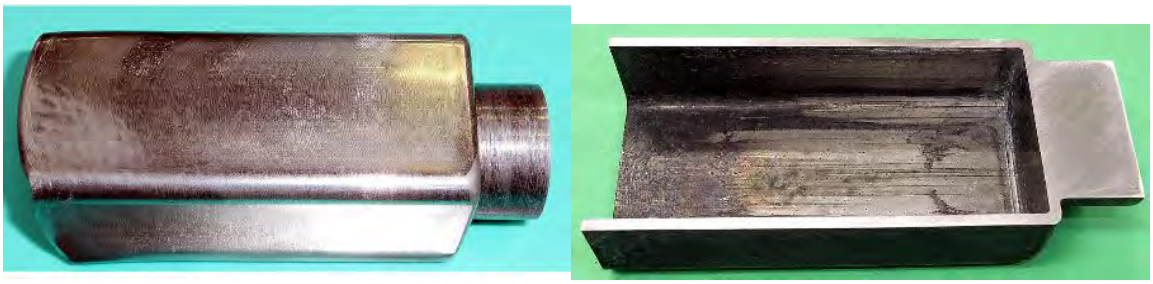


Fig.4.2.25 Outlook of products

2)成形荷重に及ぼす温度および速度の影響

成形温度と速度を変化させた場合の荷重を Fig.4.2.26 に示した。低速条件の方が温度上昇による荷重低下は大きく 17.6%であったが、高速条件では荷重減少率は 9.5%となった。これは高速成形時の加工発熱および摩擦熱の差が関与しているのではないかと思われる。

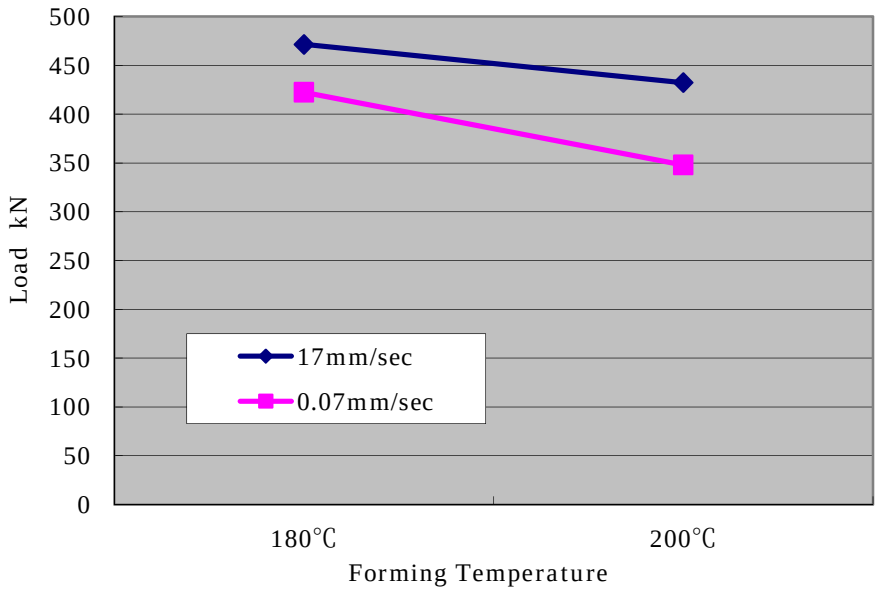


Fig.4.2.26 Relation between load and temperature , forming speed

3)四角底辺の底部厚みが成形荷重に及ぼす影響

上下金型間に設置したスペーサの厚みを変化させて、四角底辺の底部厚みを変化させて成形荷重を測定した。成形条件としては、金型および成形温度が180℃、成形速度は低速の 0.07mm/sec とした。

Fig.4.2.27 に示すように底部の厚みが増加するに従い成形荷重が低下することが分かった。厚みを大きくすれば四角底辺部の素材と金型の接触面積は増加する事になるが荷重は低下した。これは最大荷重が四角底辺の形成時に発生していることを示している。変形に要する荷重が最も大きな、丸棒から板形状への変形であり、底部厚みが大きくなることは、拡張押出の厚みが増大することと同じであり、拡張押出の断面減少率を低下させることに等しくなり、結果として成形荷重が低下したものと思われる。

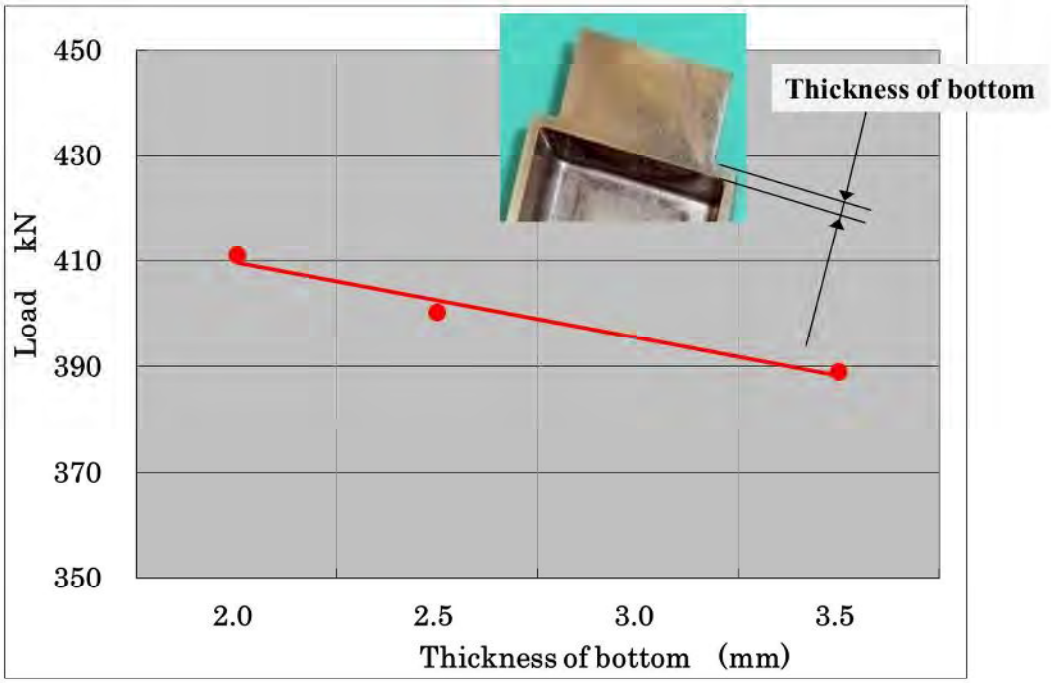


Fig.4.2.27 Relation between load and bottom thickness

4.2.3.4　角筒押出による結晶組織変化

(1)　角筒押出 180℃　17.3mm/sec 押出

①Image Quality　結晶粒系分布

CREO 処理材における塑性加工可能な最低温度である 180℃で、高速の角筒押出加工を行った場合の、四角筒部分の結晶組織を EBSP にて観察した。Image Quality 像を観察すると、CREO 処理材で見られた 15μm 程度の粗大粒は消失し、数 μm レベルの等軸組織を示した。

等軸の組織および粗大粒内部にひずみ残存が観察できないことから、強ひずみが付与された後に再結晶に十分な熱が付与されたことが推定できる。

粗大粒が消失した原因としては、CREO 処理とは異なった方向で強いひずみが加算される事で、粗大粒が微細化されたことが考えられる。粗大粒内には、今回の観察範囲外である 2deg 以下の傾角の粒界を含む小傾角の粒界および転位などが、異なった方向の強いひずみ付与によって結晶の回転を生じて結晶傾角が大きくなったものではないかと考える。

更に拡張押出時および完了も継続される 180℃の加熱および加工発熱によって等軸（球形）化が進行したのではないかと考える。

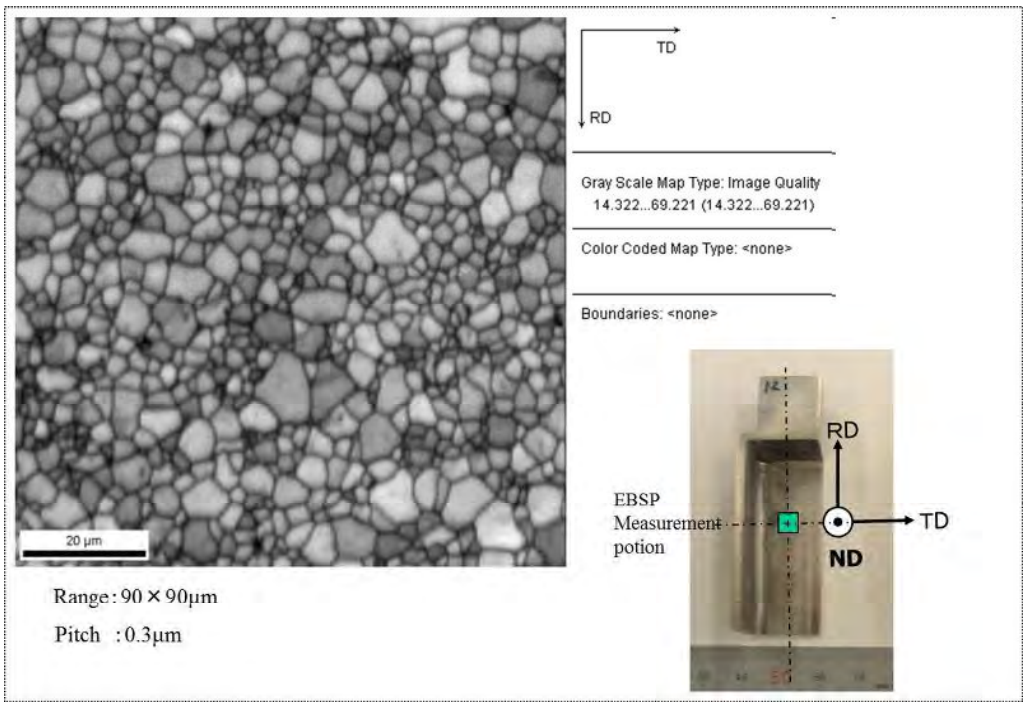


Fig.4.2.28　Image quality after forging at 17.3mm/min

②正極点図

角筒押出の四角筒部の正極点図を Fig.4.2.29 に示した。（0001）面に非常に強く集積していた。拡張押出および角筒への 2 回に及ぶ曲げ押出によって、半径方向に狭い隙間から大きなひずみで直行方向に押し出された事から、押し出された平面に(0001)面が強く集積したことがわかった。

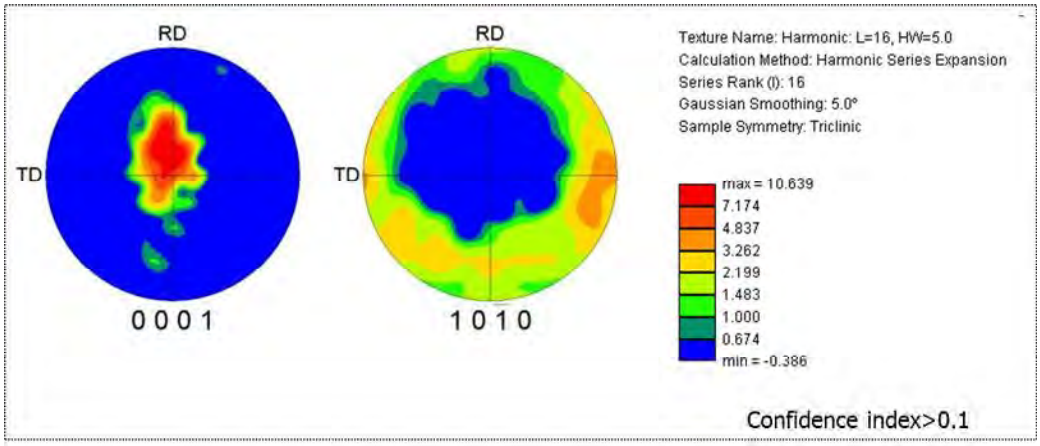


Fig.4.2.29　Pole figure after forging at 17.3mm/min

③結晶方位マップ

ND から見た結晶方位マップでは赤色が濃い傾向、すなわち(0001)面が観察面に平行に多く観察される傾向を示した。（Fig4.2.30）拡張押出以上に(0001)面への集積が強く現れており、拡張押出および角筒への 2 回に及ぶ曲げ押出によって集積したことがわかった。

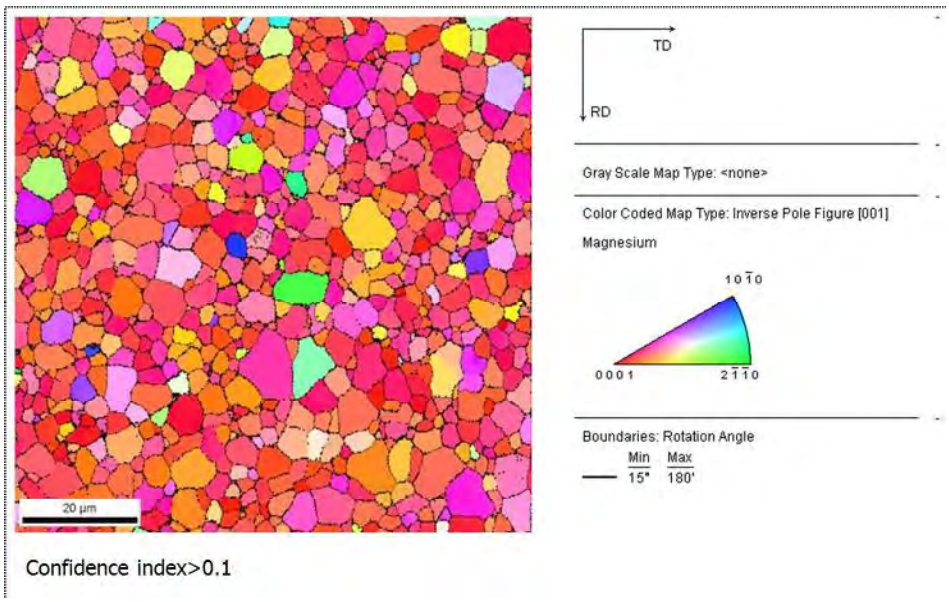


Fig.4.2.30　Orientation distribution map after forging at 17.3mm/min

④結晶粒界マップによる結晶傾角の分類

EBSP による結晶粒界の判定角度を【2～5deg】【5～15deg】【15～180deg】に分割して、粒界マップを測定した。（Fig.4.2.31）

15～180deg の大傾角粒界が面積率で 86.7%を占める状態であった（CREO 処理材：72.9%）。更に小傾角である、5～15deg は 10.8%（CREO 処理材：13.2%）、2～5deg では 2.5%（CREO 処理材：13.9%）となり、特に 2～5deg の小径各粒界の減少が著しかった。

これは Image Quality 像での外観観察で等軸（球形）の粒径であったことの原因と同じく、ひずみ付与後に急冷処理を行う CREO 処理とは異なり、角筒押出加工では押出完了後も加熱状態が継続されることと、高速加工において変形発熱および金型と素材の摩擦発熱によって、動的再結晶に静的再結晶が加算された状態ではないかと推定できる。角筒押出の金型は加工接触面が約 5mm と短く、四角辺成形後は金型とは接触していない状況となることから、成形温度以上に保たれる時間が拡張押出に比較しても長くなったと考えられる。

また CREO 処理とは異なった方向で強いひずみが加算される事で粗大粒が微細化されたことが考えられる。CREO 処理材では比率が高かった 2～5deg の傾角を有する粒界は、異なった方向の強いひずみ付与によって大傾角化され、前述の加熱保持によって等軸化したものと考えられる。

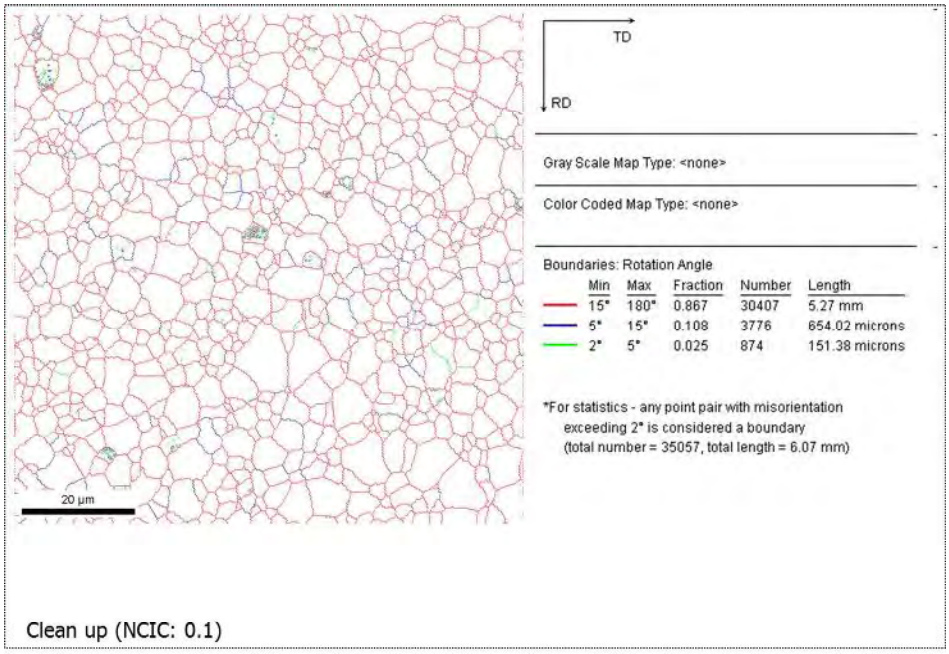


Fig.4.2.31　Grain boundary map after forging at 17.3mm/min

⑤結晶粒系分布

Fig.4.2.32 および Fig.4.2.33 に結晶傾角 5deg および 2deg をしきい値とした粒径分布を示した。２～5deg の小傾角粒界比率が低いことから、結晶傾角による差は殆ど見られなかった。結晶粒径は 3～6μm に集積した正規分布と言える分布状態を示した。

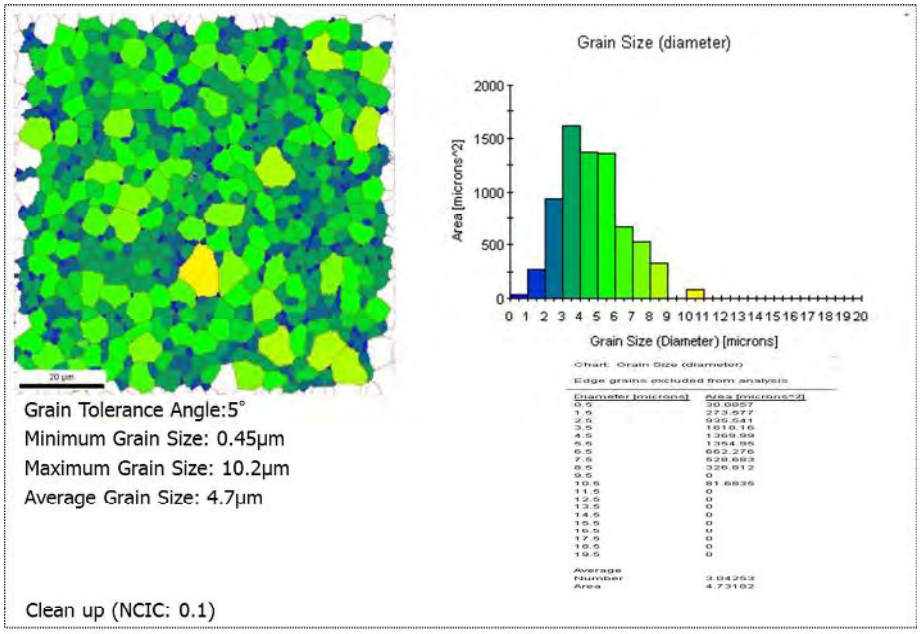


Fig.4.2.32　Orientation distribution map less than 5 degree after forming at 17.3mm/min

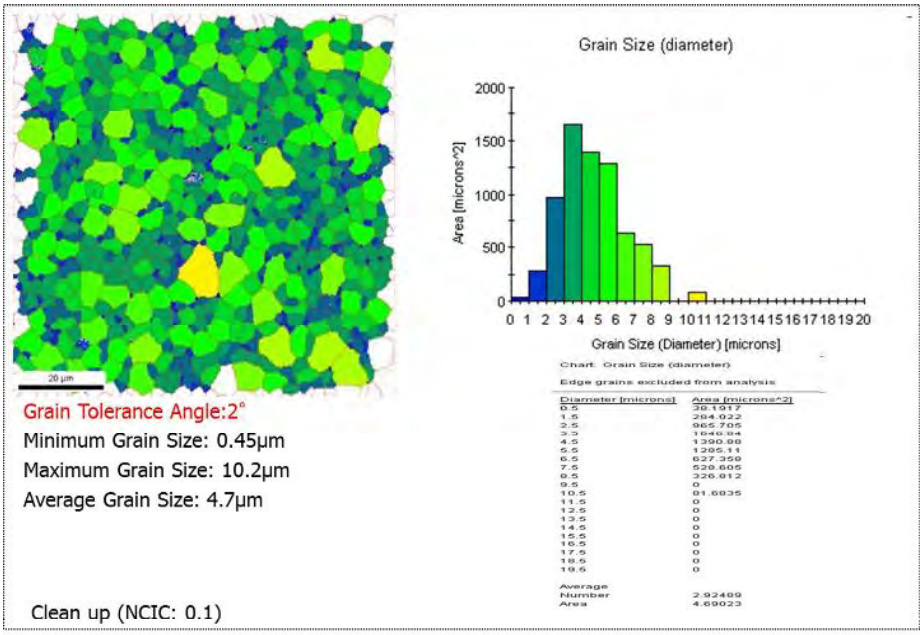


Fig.4.2.33　Orientation distribution map less than 2degree after forming at 17.3mm/min

(2) 角筒押出 180℃　0.07 mm/sec 押出

①Image Quality　結晶粒系分布

CREO 処理材における塑性加工可能な最低温度である 180℃で、低速で加工発熱を最大限に抑制した条件での角筒押出加工を行い、四角筒部分の結晶組織を EBSP にて観察した。Image Quality 像を観察すると、今回使用した EBSP の分解能では改造できていないレベルの微細粒を含む、均一な微細結晶組織を示した（Fig.4.2.34)。観察された最大の粒でも 2μm 程度であり、非常に微細な均一組織と言える。

CREO 処理で残留した数 μm レベルの結晶粒まで微細化されており、CREO 処理による微細化で、塑性加工の低温化を実現し、低温化と更なる強加工（2 次加工）を施すことにより、相乗効果が得られ微細均一組織となったものと。

素材段階での微細化する手法に比較して、CREO 処理および恒温鍛造の組合せによって、比較的容易に均質な微細結晶組織を得ることが可能であることを示している。

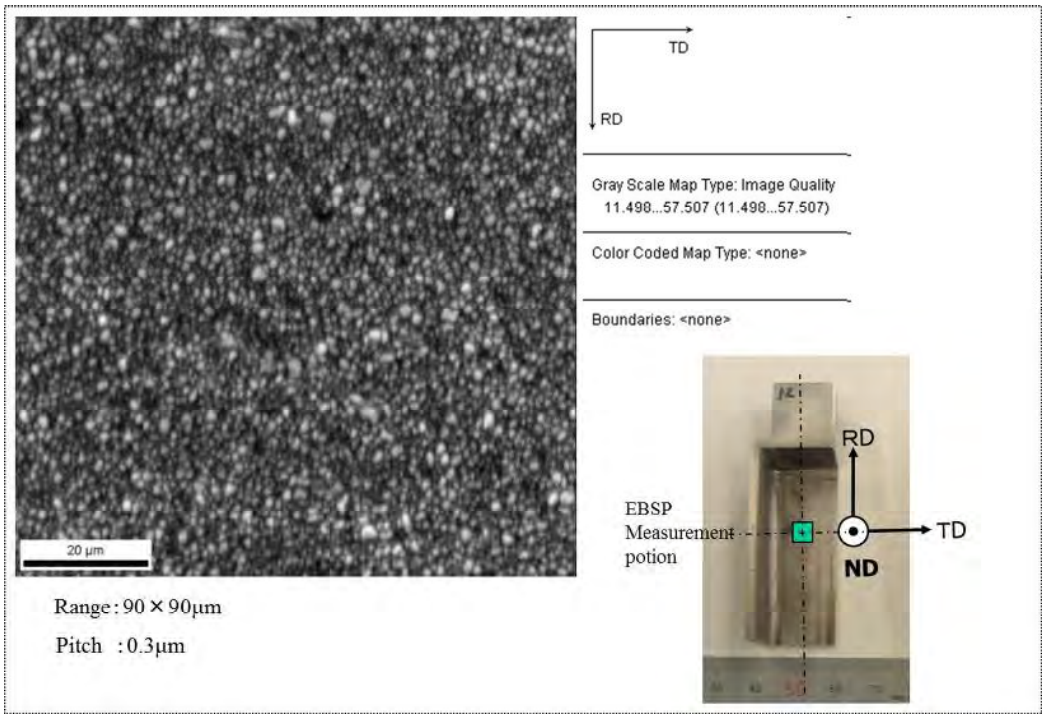


Fig.4.2.34　Image quality after forging at 0.07mm/min

②正極点図

角筒押出の四角筒部の正極点図を Fig.4.2.35 に示した。同じ 180℃での高速加工の場合と同様に、（0001）面に非常に強く集積していた。拡張押出および角筒への 2 回に及ぶ曲げ押出によって、半径方向に狭い隙間から大きなひずみで直行方向に押し出された事から、押し出された平面に(0001)面が強く集積したことがわかった。

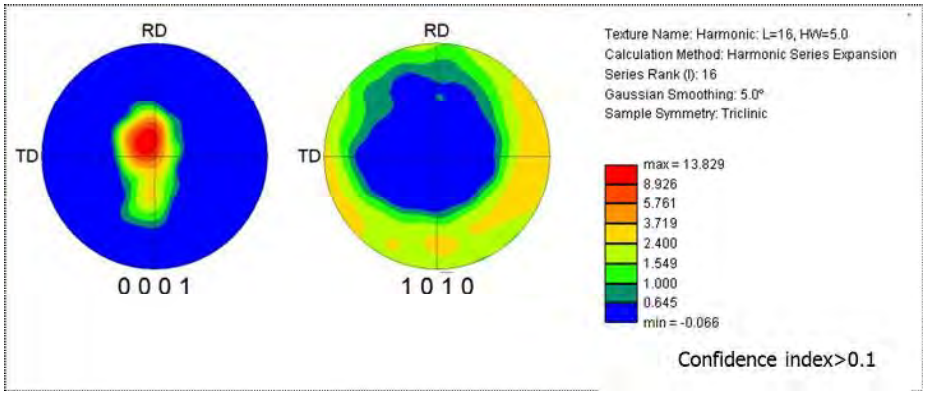


Fig.4.2.35　Pole figure after forging at 0.07mm/min

③結晶方位マップ

ND から見た結晶方位マップでは赤色が濃い傾向、すなわち(0001)面が観察面に平行に多く観察され、部分的に(1010)(2110)面が観察されたが、その比率は極めて少なかった。（Fig4.2.36）拡張押出以上に(0001)面への集積が強く現れており、拡張押出および角筒への 2 回に及ぶ板状の曲げ押出によって集積したことがわかった。一部バンド状に(2110)面の繋がりが観察されるが、基本的には(0001)面主体の均一な方位を持った面の集合であると言える。

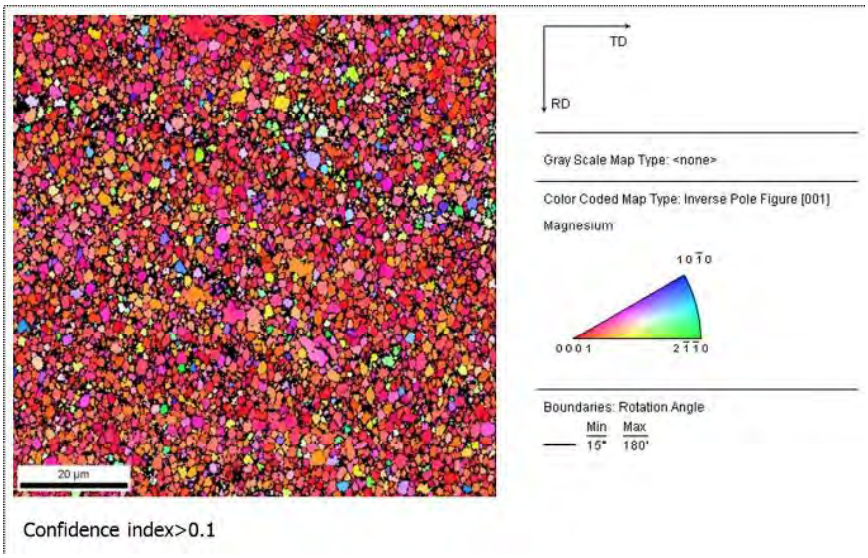


Fig.4.2.36　Orientation distribution map after forging at 0.07mm/min

④結晶粒界マップによる結晶傾角の分類

EBSP による結晶粒界の判定角度を【2～5deg】【5～15deg】【15～180deg】に分割して、粒界マップを測定した。（Fig.4.2.37）

15～180deg の大傾角粒界が面積率で 89.5%を占める状態であった。（CREO 処理材：72.9%）更に小傾角である、5～15deg は 8.2%（CREO 処理材：13.2%）、2～5deg では 2.3%（CREO 処理材：13.9%）となり、全ての条件にて最も大傾角粒界の比率が高くなった。

低速の角筒押出加工では、押出完了後も加熱状態が継続されるものの、変形による発熱は金型との接触電熱により冷却され、金型と素材の摩擦発熱による発熱も最小となる。

従って角筒押出により大きなせん断ひずみが加わった際の動的再結晶により、大傾角粒界が支配的となったものと思われる。

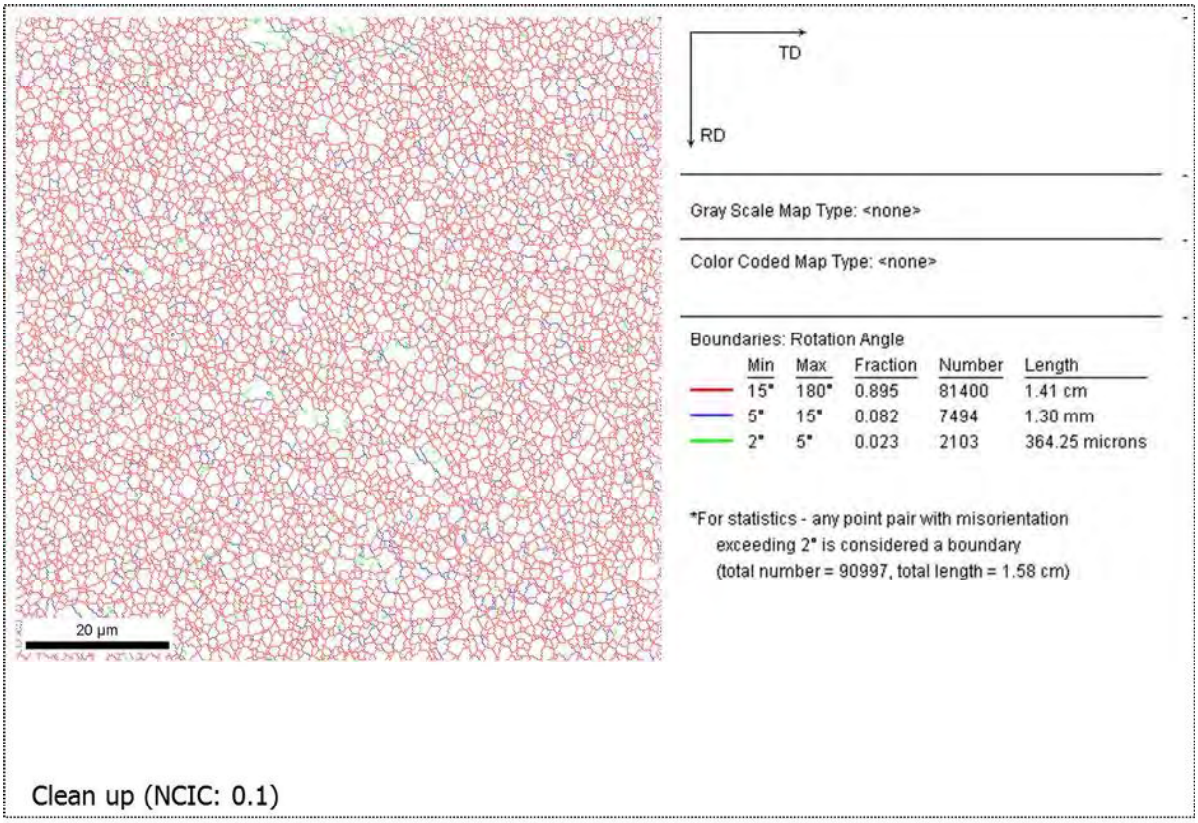


Fig.4.2.37　Grain boundary map after forging at 0.07mm/min

⑤結晶粒系分布

Fig.4.2.38 および Fig.4.2.39 に結晶傾角 5deg および 2deg をしきい値とした粒径分布を示した。２～5deg の小傾角粒界比率が低いことから、結晶傾角による差は殆ど見られなかった。結晶粒径は 1μm に強く集積した微細組織となった。

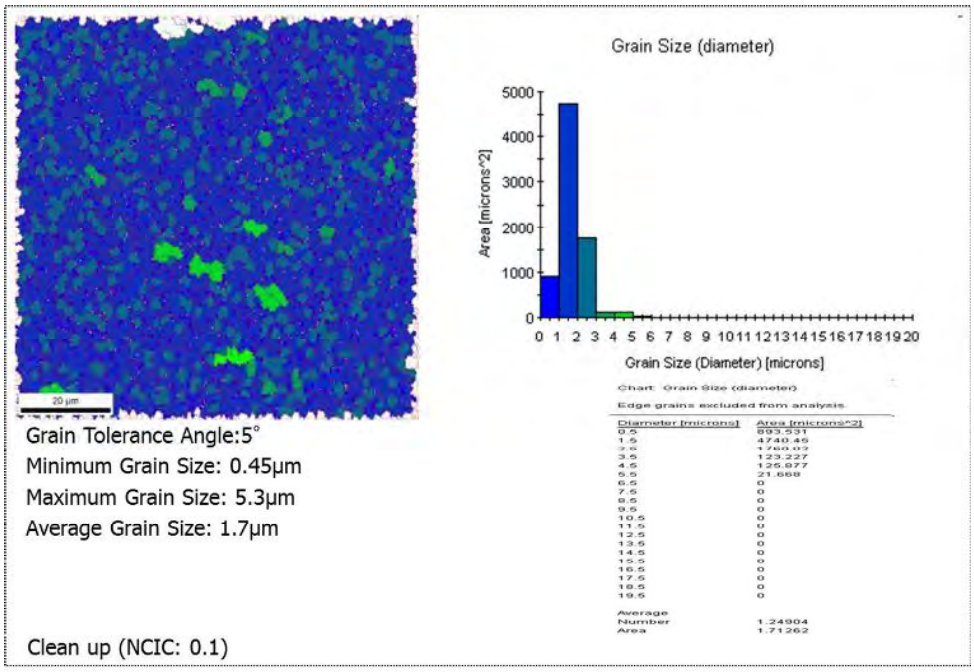


Fig.4.2.38　Grain boundary map Area after forging at 0.07mm/min 5deg

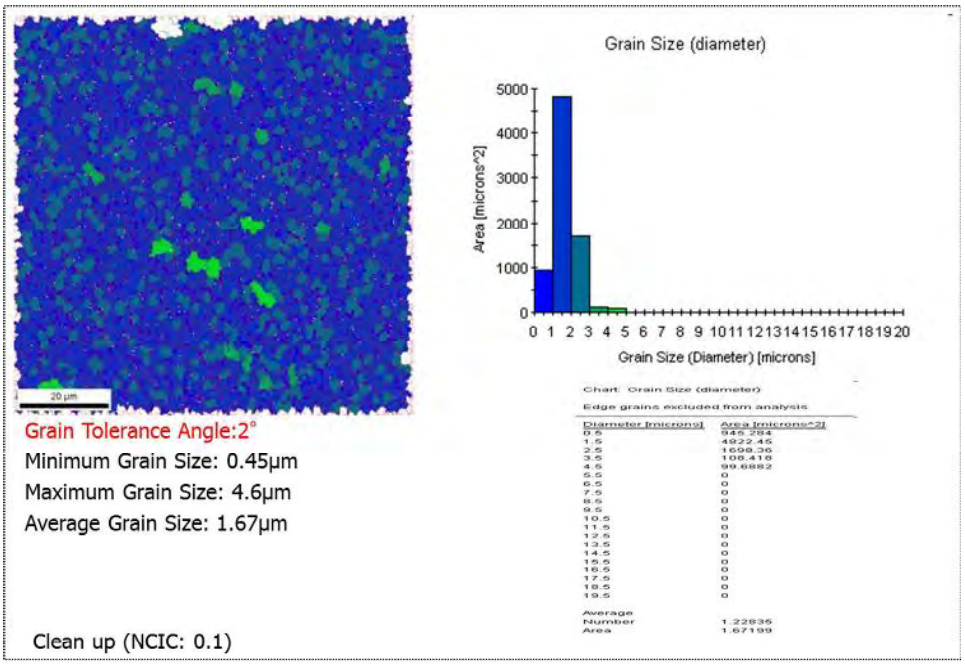


Fig.4.2.39　Grain boundary map Area after forging at 0.07mm/min 2deg

(3)角筒組織まとめと考察

CREO 処理で微細化された結晶組織は、更に微細化され均一分散した状態となった。粒径は 0.45～4.6μm に分布している混粒の状態となったが、その大半は 2μm 以下に集中分布していることがわかった。平均結晶粒径は約 1.67μm まで微細化されることが分かった。

特に CREO 処理後に残留していた粗大粒が消失し、微細結晶粒については同レベルとなった。この事から、CREO 処理後の低温・低速での角筒押出における、結晶粒微細化効果は、特に残留した粗大粒のみに作用したものと考えられる。結果として粗大粒が微細化されて、均一かつ微細な結晶組織を得ることができたと考えられる。

また結晶傾角に着目すると、十分に焼鈍された素材と 180℃で高速鍛造した場合が同様に比率を有しており、低速鍛造では更に大傾角粒界比率が増大した。(Table 4.2.5)

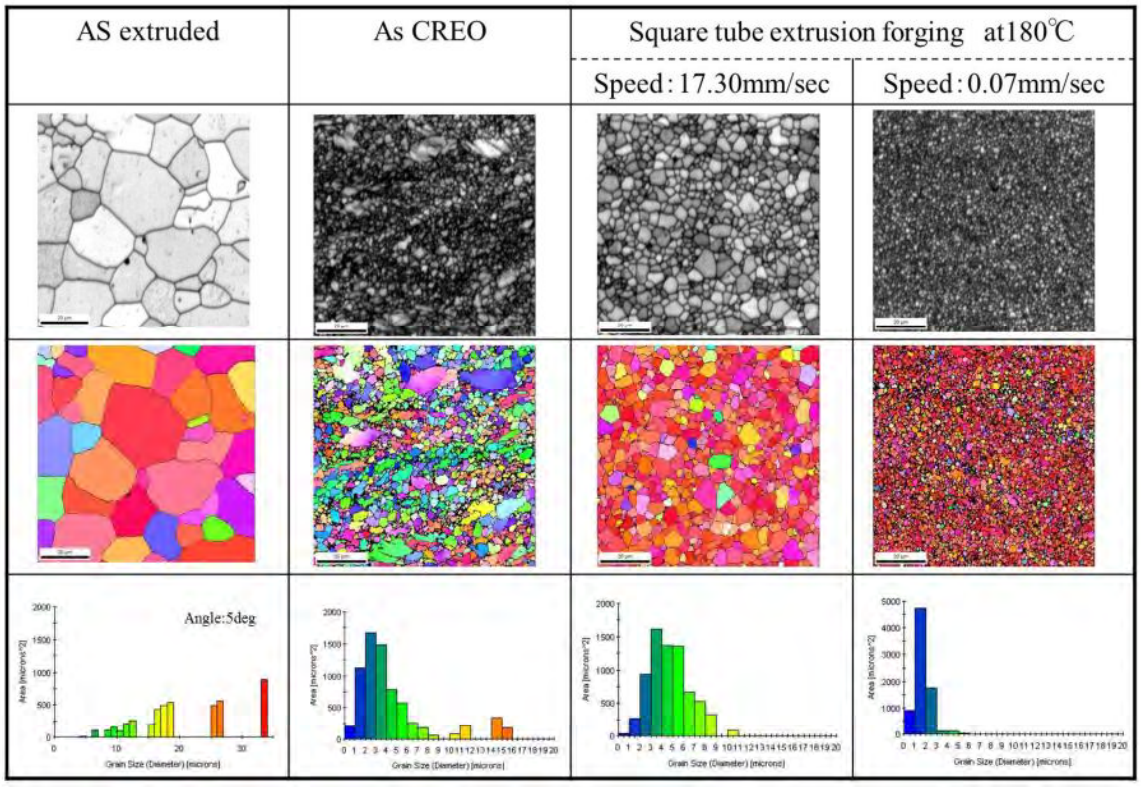


Fig.4.2.40 Microstructure of Forging product at 453K ,0.070mm/sec

Table 4.2.5 Distribution of each crystal angle

Crystal angle	Raw material	As CREO	180℃ forging	
			17.3mm/sec	0.07mm/sec
15deg～90deg	86.5%	72.9%	86.7%	89.5%
5～15deg	11.8%	13.2%	10.8%	8.2%
2～5deg	1.7%	13.9%	2.5%	2.3%

4.2.3.5　角筒押出による 硬度分布変化

(1)押出素材材および CREO 処理材

素材の硬度分布を Fig.4.2.41、および CREO 処理材の硬度分布を Fig.4.2.42 に示した。

素材は外周部の硬度が若干高くなる傾向を示した。これは押出時のひずみ量が表面ほど高いことと、処理温度が低温側であったことが推定できる。

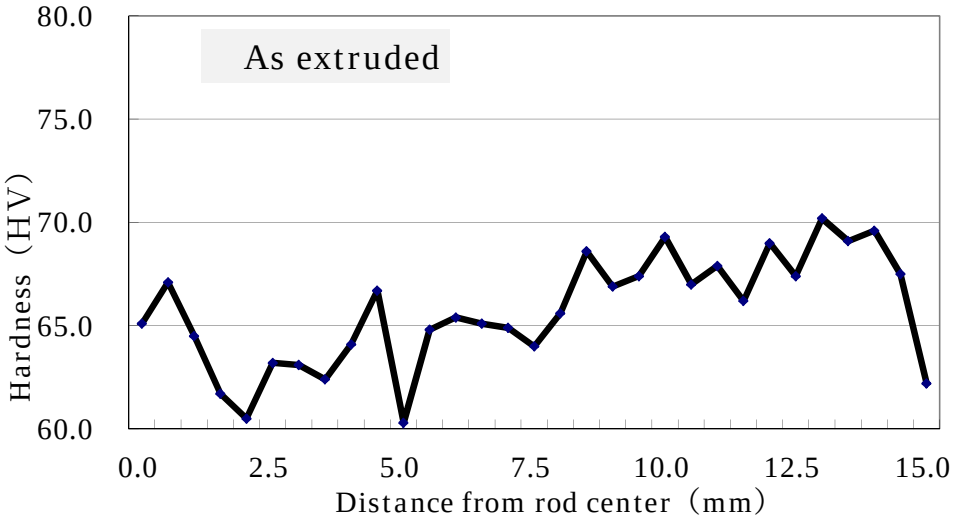


Fig.4.2.41　Hardness distribution of extruded rod

一方、CREO 処理によって硬度上昇し、捻りひずみ量に比例して外周部ほど高い硬度を示した。回転量の大きさの影響は 10rpm と 12rpm の硬度分布に差は見られなかったが、8rpm では全般的に若干低い硬度分布を示した。

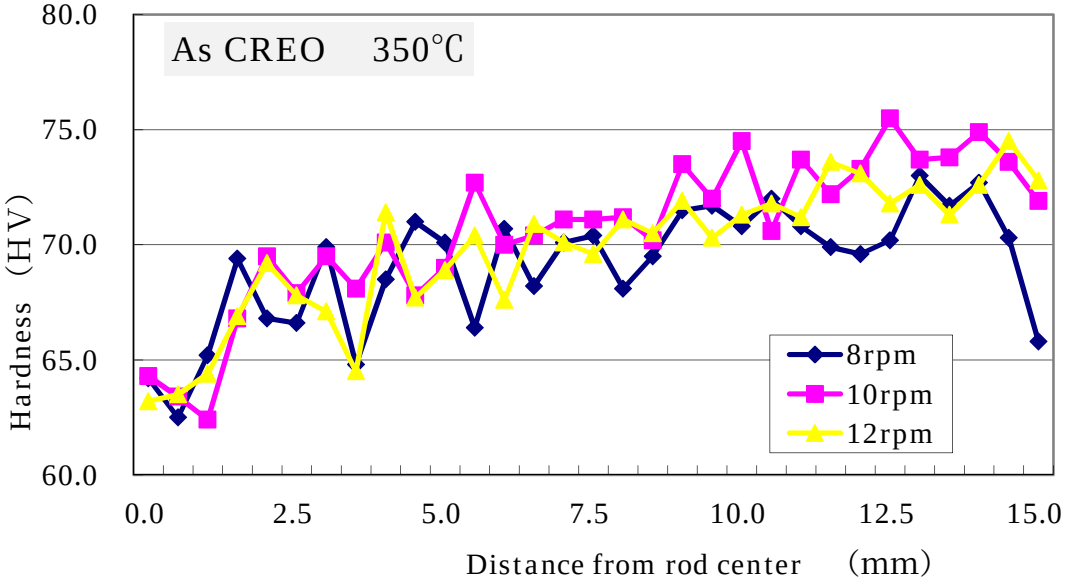


Fig.4.2.42　Hardness distribution of CREO treated rod

(2)180℃高速鍛造における硬度分布

Fig4.2.42 に角筒押出成形品の断面硬度を示した。CREO 処理を施した素材の表面部および 1/R 部で Hv　75 を示し、捻りひずみの効果が得られない中心部では Hv　65 となった。

素材 CREO 段階でひずみが付与されていない中心部は硬度上昇するものの、棒材表面部は硬度低下する傾向を示した。棒材が押し出されて金型と接触するパンチ頂点（角筒底辺部）にてパンチと接触する。この部分は潤滑剤の追加供給が無く、素材が押し広げられる部分であり加工発熱が顕著となる部位である事が原因と考えられる。

押し出された角筒部の硬度は、Hv　65～77 となり CREO 材に比較して硬度低下した。特に四角筒の根元部分である DE の 3～5 については素材に対して硬度低下した。この領域は、押出加工の加工後半に属するものであり、加工発熱が蓄積して高温になったものと考えられる。また加工後半は潤滑剤が減少してきており、摩擦発熱も大きくなっていることが考えられることから、相乗効果により加熱軟化したものと思われる。

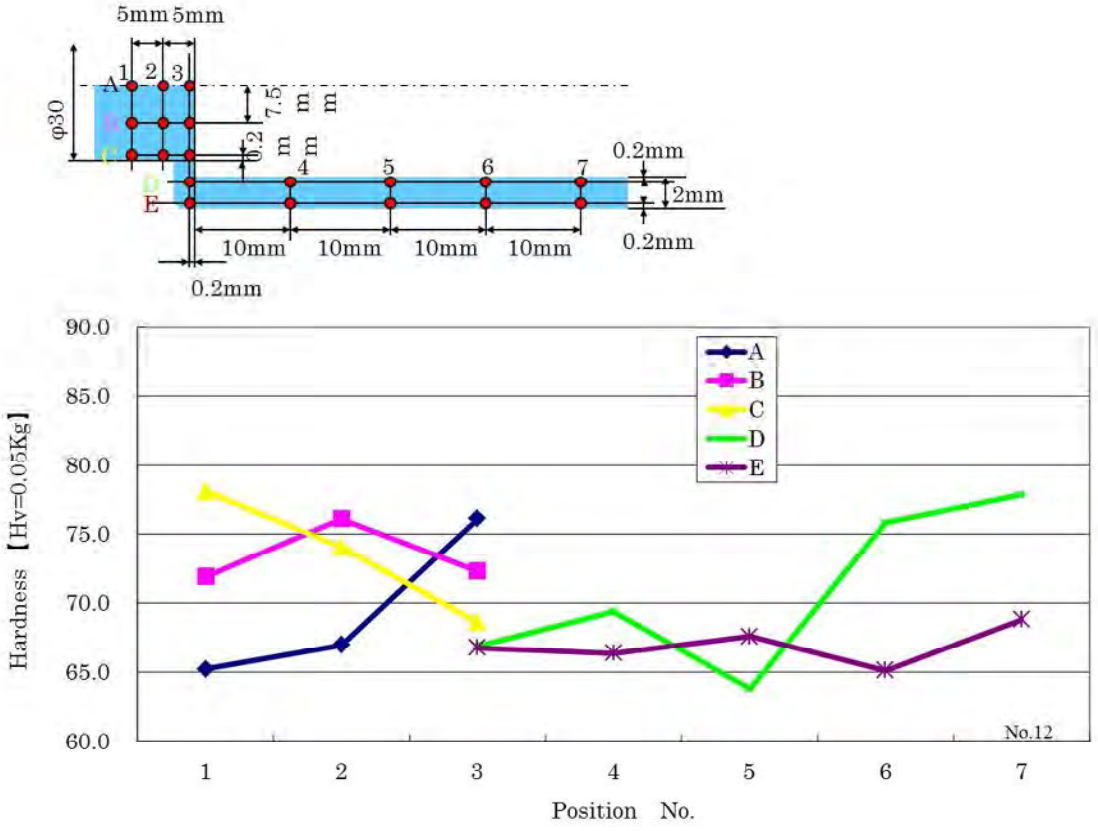


Fig.4.2.42　Hardness distribution of forging products at 180℃ with 17.3mm/sec

2)180℃低速鍛造における硬度分布

一方、同じ 180℃であるが、鍛造速度を大幅に低速化した角筒成形品の断面硬度を Fig4.2.43 に示した。

高速鍛造とは異なり、角筒部の硬度低下が見られず Hv　80 となった。極めて低速の加工であるため、加工発熱の影響が最小限であったことが原因と思われる。

この結果により、加工発熱による結晶粒微細化効果を低下により、機械的性質が低下することが予想される。このため微細結晶粒素材を鍛造に供する場合には、加工発熱の影響を十分に考慮すべきであると言える。

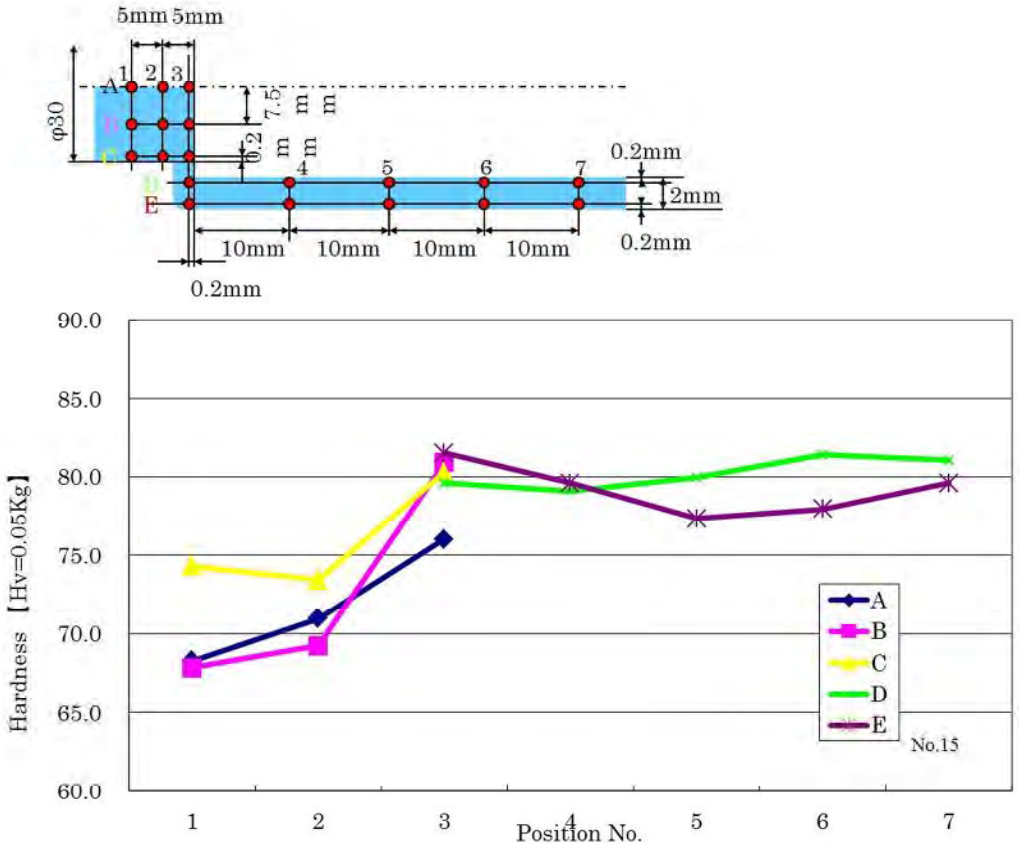


Fig.4.2.44　Hardness distribution of forging products at 180℃ with 0.07mm/sec

4.2.3.6　引張試験結果

素材および CREO 材、180℃低速鍛造について、引張試験により機械的特性を比較した。（Fig.4.2.45）

結晶粒微細化の効果は Hall-Petch の関係式より、耐力の向上に最も顕著に現れる。引張方向 3 方向平均値での比較において、素材に対して CREO 処理により 0.2%耐力が 50%向上し、更に角筒押出によって約 2.5 倍に耐力が向上した。CREO 処理材と比較しても約 1.7 倍に達した。

破断強度は、CREO 処理によって約 12%高強度化し、鍛造後では素材に対して約 30%の大幅な強度向上を実現できた。

延性については、CREO 処理での低下は見られず、鍛造後でも約 15%程度の延性低下であった。

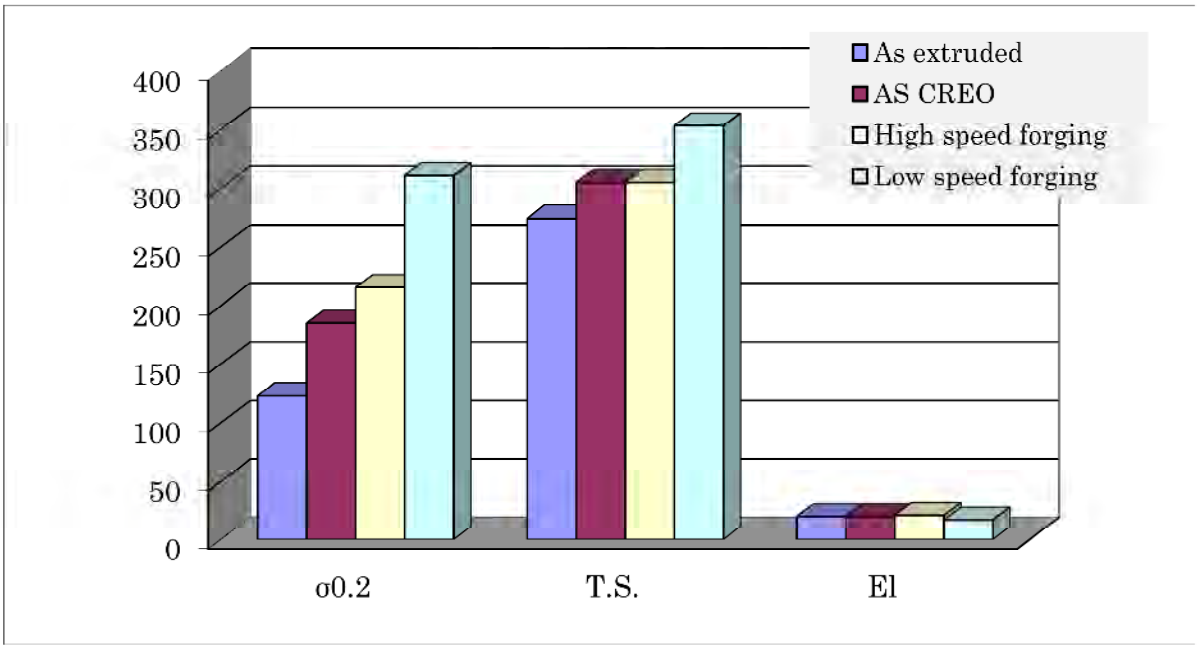


Fig.4.2.44　Average Mechanical Properties of Tensile Test

異方性を調べるため Fig4.2.45 に各引張方向での機械的性質を示した。

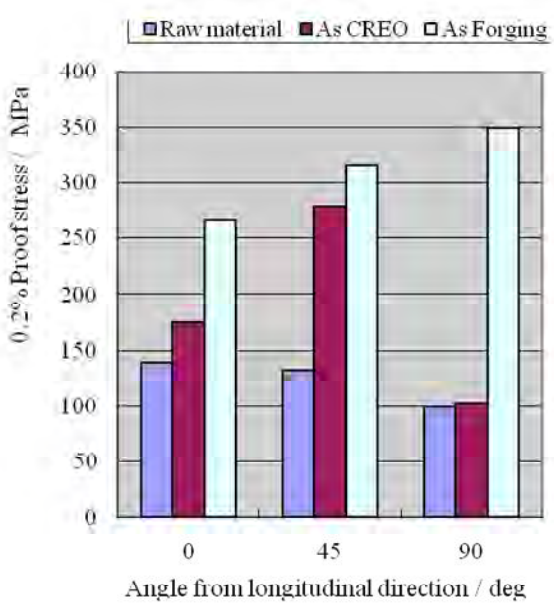
耐力は、CREO 処理材の異方性が強く発生し、45deg 方向において顕著な耐力増加が見られた。また最大の耐力示す方位が、素材では 0deg、CREO 材では 45deg となり、鍛造後では 90deg の方向となり、結晶方位が各処理工程で変化していることが分かる。

引張強さは、耐力ほどの強い異方性は見られなかったが、各処理工程によって最大の引張強さを示す方位は異なっていた。素材では 0deg で最も高強度と

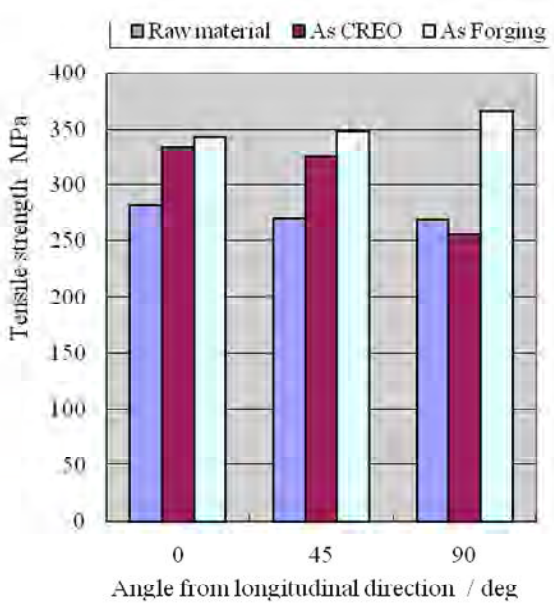
なったが、CREO 材でも 0deg、鍛造後では 90deg 方向となった。

伸びについては、CREO 処理後の材料で 90deg 方向に大きな延性を示した。角筒押出鍛造後の延性においては強い異方性は見られず、延性の低下も素材に対して 15%程度であった。

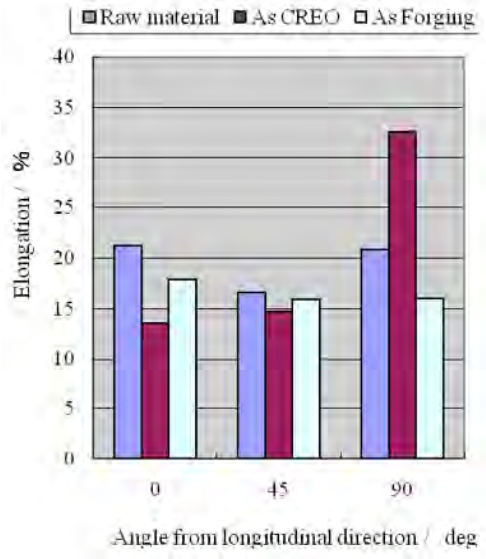
素材における異方性は、0deg 方向の耐力・引張強度が最も高く現れたが、CREO 処理後は 45deg 方向が最大値となった。また角筒押出鍛造後は 90deg に最大値が発生し、各処理を経る毎に、結晶粒の変化のみならず集合組織の変化が著しいことが推定できる。



(a) 0.2% Proof Stress



(b)Tensile Strength



(c) Elongation

Fig.4.2.45 Mechanical Properties of Tensile Test

4.2.4 考　　察

回転変形と急冷処理の組み合わせた CREO 処理により、局部加熱されて軟化した領域のみにせん断ひずみが付与されることにより結晶粒が微細化され、かつ直後に冷却されることにより粒の粗大化を抑えることで微細結晶粒が得られたものと思われる。

一般的に、粒界滑りが発現する温度領域において、微細粒と粗大粒の混合組織にでは、大きな比率を占める微細粒が滑り発生する粒界を多く有することから、優先的に塑性変形すると考えられる。このため微細結晶粒中に分散残留した粗大粒は変形による微細化の影響を受けにくいと考えられる。しかし角筒押出後の組織では、CREO 処理後に残留していた粗大な結晶粒が消失し、微細均質な結晶組織に移行していた。

これは CREO 処理後に残留した 10μm を超える粗大粒についても、粒内にひずみおよび亜粒界が形成されており、次工程である角筒押出において CREO 処理に比較して低い温度かつ異なった方向の大きなせん断ひずみを付与したことにより、粗大粒を優先的に分断し、均一で微細な結晶組織を得ることが出来たものと考える。

結果として、得られた結晶粒の大きさによって引張り試験の特性が大きく変化し、高い耐力、破断強度を示したものと思われる。

4.2.5 結　　言

本研究によって以下の結果を得ることができた。

1) 結晶粒微細化材の使用において、180℃の低温領域で棒材から角筒形状の押出成形が可能である事が分かった。

2) 成形荷重は 500KN 以下であり、通常の後方押出に比較して 1/5～1/10 の低い荷重にて成形可能であった。

3) 結晶粒微細化されたマグネシウム合金素材を、微細化処理に対して低い温度域で大きな塑性変形を与える事で、更なる結晶粒微細化が実現できることが分かった。

4) CREO 処理において中心部に残留した未結晶粒微細化領域は、角筒押出鍛造により微細化均質化可能であることが分かった。

5) CREO 処理、角筒押出によって結晶粒が微細化されるに伴い、耐力および破断強度は著しく向上される事が分かった。

6) 結晶粒微細化を単なる素材の処理にとどめず、後工程である塑性加工技術と積極的に組み合わせることによって、微細化効果を製品まで引き継ぐことが出来るとともに、個々の微細化技術のみでは達成困難であった微細化と特性改良が可能となる事を明らかにできた。

【参考文献】

1) 中村　克昭

“STSP により結晶粒微細化した Mg 合金の恒温塑性加工による特性改良”

第 57 回塑性加工連合講演会(2006)　p419-420

2) K.Nakamura

“ Rapid Continuous Metal Grain Refinement process “STSP” and its Application to Plastic Forming “

ICCES’07 (2007) p1947-1951

3) 中村　克昭

“結晶粒微細化したマグネシウム合金の恒温鍛造に関する研究”

第 58 回塑性加工連合講演会　(2007) P267-268

4) 中村　克昭、鈴木　裕

“ 微細結晶粒 Mg 合金の恒温条件下における押広げ鍛造 ”

型技術　第 25 巻　第 7 号　2010　7 月号　p90-91

5) 中村　克昭、杉本　康子、恵良　秀則、鈴木　裕

微細結晶 Al-Mg 合金の恒温条件下における押出鍛造

型技術　第 26 巻　第 7 号　2011　7 月号　p18-19

6) 日経ものづくり　May 2011 P28-30

4.3　マグネシウム棒材からの板側法押出法

4.3.1 緒　言

金属板材の製造方法として圧延法が一般的であり、高精度・高品質の板材が供給されている。しかしながら圧延の板材は大量生産されることから、必要材料と板厚に関しては市場の供給状態と関連してしまい、特殊な素材の使用は極めて困難である。棒材から型材への押出も窓枠等で使用されてしているが、大量生産に適した手法であり、押出設備も非常に大型である事から大量生産に限定的であった。[1)]

また板形状部材の製造方法として圧延した板材からのプレス成形が一般的であり、自動車・家電等々に広く活用されてきた。しかしながらプレス成形における最大の欠点として、自由な板厚が得にくい事が挙げられる。すなわち成形開始時点の素材が均一板厚の素材であり、プレス成形中に素材に付与される単軸ひずみ・平面ひずみ・等 2 軸ひずみおよびそれらが複合したひずみを受ける事から、製品の要求からではなくプレス成形上の制約から成形品各部位の板厚が決まってしまう。この板厚の製品特性最適化を目的として、プレス成形において多くの改良の試みが成されてきた。

その一つが多工程による板厚の最適化である。しかし板厚の最適化のために多くの成形工程を有し、金型への負担も大きなものであった。

また液圧成形法も板分布改良の手法の一つである。板厚を大きく保ちたい部分を先行して金型に接触させる事によって、素材と金型の摩擦によって変形を抑制することで接触部の板厚を素材に近い状態に保つ技術であるが、使用する板厚による制限があるため、積極的に板厚を増減させる事には限界がある成形法である。

鍛造法による板形成としては、アプセットで大きな荷重をかけて板状製品を成形する方法、および側方押出でツバ状の板状部を形成すると組み合わせる鍛造法が提案されている。[2)3)]

また板鍛造と呼ばれる厚板を鍛造して板厚分布を形成する事に実現した方法があり、精密小物部品に限定的であるが粉末部品の競合技術として適用されてきた。

従来技術の課題を克服する目的で、本研究では鍛造法と押出法の双方の特徴を併せ持った押出鍛造法を板材の成形法に適用する事を考えた。

これまでの章にて、CREO 処理で結晶粒微細化した素材を用いることにより、

低温での加工が可能となる恒温鍛造法として、半径方向の拡張押出[4)5)]および角筒押出[6)~8)]について報告した。

本章では、棒材からの素材押出方向と直交した方向に板形状押出を行なう成形手法を考案した。[9)~10)]

本手法の基本構造は、金属組織を有する素材が収容される収容部と、この収容部に収容された素材を外部に排出する排出口を有する金型を加熱し、収容部に収容され且つ加熱されている前記素材を軸方向に加圧して、排出口から排出させる加圧・排出工程によって構成される。

本法を応用した成形手法として、板状に押し出された成形材を、板に対して法線方向からの絞り成形等の板成形加工を付与する事によって、3次元形状の成形が可能となる。

この複合加工の大きな特徴は板厚分布を持った1次成形材を、連動した成形工程で板厚分布を持ったプレス加工品へと再成形する事が可能となる点である。これにより板厚分布を有する絞り・曲げ。張出等の成形品が小ロットから生産する事が可能となる。

本章においては、棒形状の素材から板形状への押出加工について、1 軸および対向する 2 軸からの押出加工性と金型形状について研究した内容について報告する。

4.3.2　　1 方向板押出成形

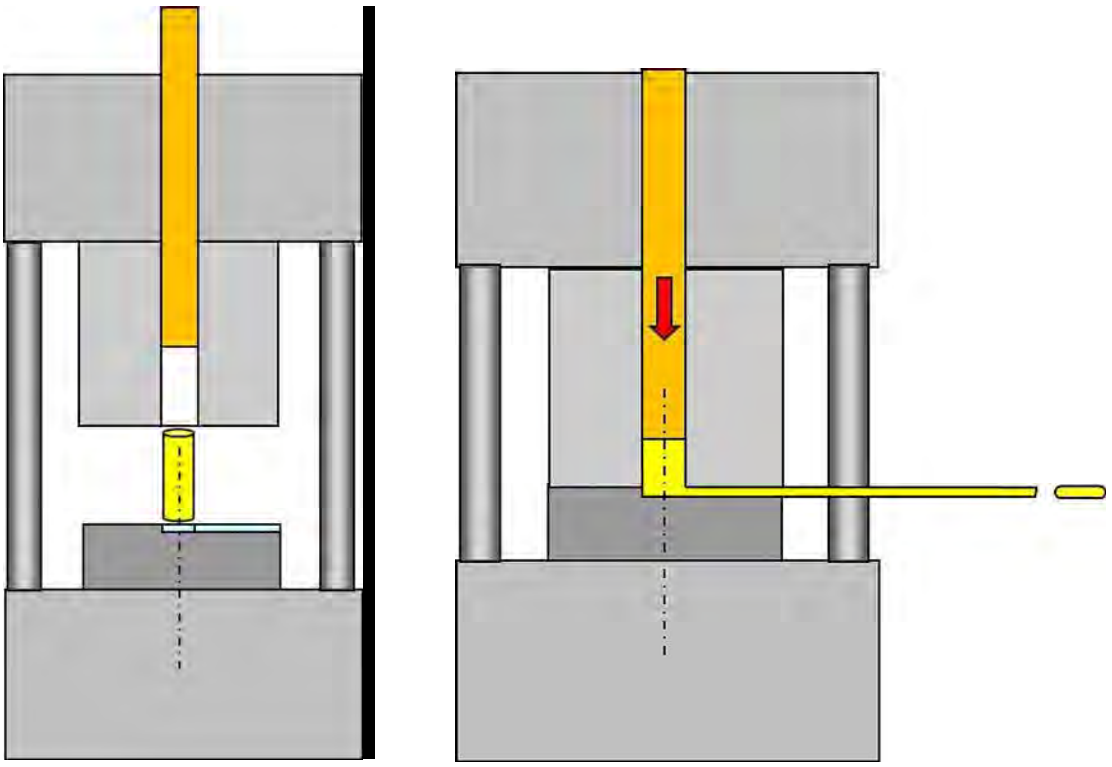
4.3.2.1　1 方向板押出成形法の概念

1 方向からの横押出鍛造は、金型の一方のみに材料の収容部と押出のパンチを有し、対向する金型は押出方向に直行した平面のみを有する構造とした。素材である棒材を押し出す事で、素材は対向する下金型平面に押しつけられた後に、下型側面に設けた排出口から押し出される。押し出される形状は基本的に排出口の形状で決定される。

今回は平板形状の排出口を設けたが、平板だけでなく板厚分布を有する異形断面形状を設定する事で、通常実施されている押出成形と同様に、多様な形状を押出成形で得る事が可能となる

押出加工の手法としては、1 方向から押し出す方法と、対向する 2 方向から押し出す方法が考えられる。1 方向からの押出では、素材押出方向に対向する金型との摩擦抵抗が大きいことが予想され、上下 2 方向からの押出の場合には 2 方向の押出速度およびタイミングを厳密に合わせることが必要となってくる。本項では、1 方向からの押出加工について実験を行った。

基本的な加工概念を Fig.4.3.1 に示す。



(a)　Open position　　(b)　Forging

Fig.4.3.1　General picture of lateral Extrusion from 1 direction

プレス内部に金型に設置し、素材を金型内で拘束しつつ、上方からのシリンダーにて加圧する。加圧された素材は金型横方向に予め設けた平板の空隙より押し出される。この際に、素材には大きなせん断変形が付与され、せん断ひずみによって結晶粒微細化の促進が期待できる。

1 方向成形の場合には、押出方向に対向する金型面の摩擦力によって、成形荷重の上昇および金型の摩耗が予想される。

4.3.2.2　実験条件

1)素材製造条件

素材として AZ61 マグネシウム合金を使用した。基本成分は Table.4.4.1 に示したように、マグネシウムを基本元素として約 6%のアルミニウムおよび約 1%の亜鉛を添加した中高強度に分類される Mg-6Al-1Zn 押出合金である。

供試材の成分を Table4.4.1 に示す。

Table 4.3.1 Chemical components of AZ61

Mass%

Al	Zn	Mn	Cu	Si	Mg
6.05	0.76	0.24	0.001	0.01	Bal.

本章では Φ30mm の AZ61 押出材を CREO 処理して使用した。CREO 処理条件は、捻り変形による加工発熱を含まない状態で 300℃の条件で、回転数 8.1rpm、横移動速度 300mm/min にて微細化処理を行った。

加熱両端の水冷は、水量を増加させつつ加熱部への不安定な水の流れ込みを抑制するため、給水とは反対側に真空吸引する装置を使用した。

CREO 処理条件を Table 4.3.2 に示した。

Table.4.3.2　Condition of CREO

Material		AZ61
Diameter		Φ30mm
CREO temperature		300℃
Rotation speed		8.1rpm
Transfer speed		300mm/min
Cooling water volume	Forward	10 L/min
	Backward	12 L/min
No.		STAZ61 D30 0515 001,2,4

2)　押出鍛造プレス

押出成形に使用したプレスを Fig.4.3.2 に示した。隠しリンダーをサーボ制御した油圧 4 シリンダーを有するもので、メインシリンダーおよび加工圧発生可能なダイクッションに加えて、上下方向から 2 本のシリンダーを有している。各シリンダーは個別の制御バルブを有しているため、独立して前進後退停止および速度設定などが可能なシステムとなっている。基本特性を Table 4.3.3 に示した。プレスダイセットは、独自に設計製作した金型加熱装置を設けており、金型のみ交換できる形式としており、最高温度約 500℃まで金型を加熱保持することが可能となっている。

本研究の板材押出においては、メインシリンダーで上下の金型を加圧して、金型内部に設けた円柱状の空間にマグネシウム合金素材を設置する。加圧保持した状態で、3rd シリンダーによって棒状素材を上方向から押出し、予め設けた水平方向の間隙から板状に押出す。

Fig.4.3.2　Photograph of hydraulic press with 4 cylinder

Table.4.3.3　　Principle capacities of hydraulic press

Cylinder	Max. power	Max. speed	Max. stroke
Main	2500kN	140mm/sec	800mm
Cushion	1250kN	145mm/sec	300mm
3rd	1250kN	150mm/sec	500mm
4th	700kN	155mm/sec	500mm

3)成形条件

横押出鍛造は、上型内に Φ36 のシリンダーを形成し、上方よりパンチを下降させて金型内に素材を充満させる。横方向に設けた 2mm 厚の板形状開口部より材料が押し出した。金型には棒材押出部外径Φ36 から扇状に幅 60mm に拡大されるよう金型基本形状を Fig.4.3.3 に示した。また素材押出方向に対向する金型の外観を Fig4.3.4 に示した。

鍛造加工には、金型加熱装置を取り付けた AP&T 社製の油圧 NC 制御 4 シリンダープレスを使用し、473K(200℃)の恒温状態で加工した。

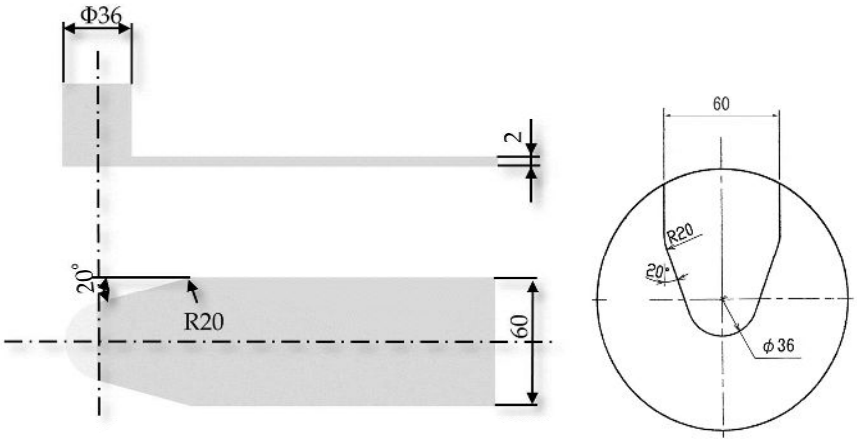


Fig.4.3.3　Principal dimension of tools

Fig.4.3.4 Outlook of extrusion area of principle tool

使用した金型は、押出成形性の影響を調べる目的で Fig.4.3.5~7 に示した金型図の中の A~D の 4 項目をパラメータとして選定し、その設定値は Table4.3.4 に示した種類の条件で評価を行った。

押出シリンダーの出口コーナ R は、強いせん断変形を付与できる一方で、押出荷重を大幅に増加させる事が懸念される。潤滑供給については、押出成形の場合の潤滑剤の欠乏を、押出時に生じると予想される負圧で被加工材に供給

させることを期待した。またダイスコーナ R は扇状に押出される領域のコーナ R を変化させたもので、被加工材の流動特性を向上させる効果と、バリ発生によって変形抵抗を増加させるマイナス効果の両方が予想される。

押出シリンダーの外径については、押出比が約 10%増加する事によるマイナス効果があるものの、拡張する比率が低下することで棒材押出対向部での等 2 軸引張量を低減することで、摩擦力を低下することを期待した。

Table4.4.4 Condition of tool design

No		①	②	③	④
Cylinder corner radius	A	0 mm	1 mm	1 mm	1 mm
Lubricant supply pocket	B	Non	Non	Non	Exist
Die corner radius	C	2 mm	2 mm	0.2mm	0.2 mm
Diameter of Cylinder	D	Φ36.5	Φ36.5	Φ36.5	Φ40

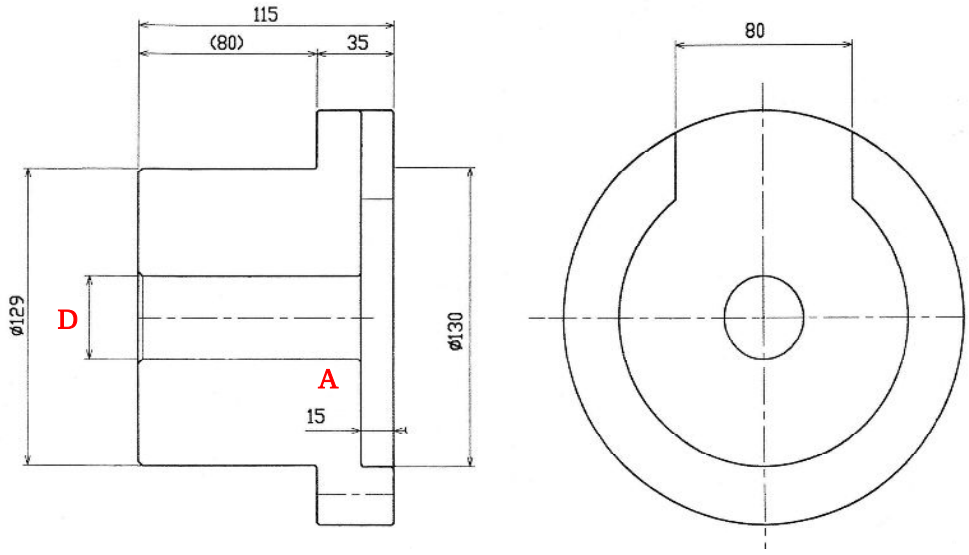


Fig.4.3.5 Principal dimension of upper extrusion die

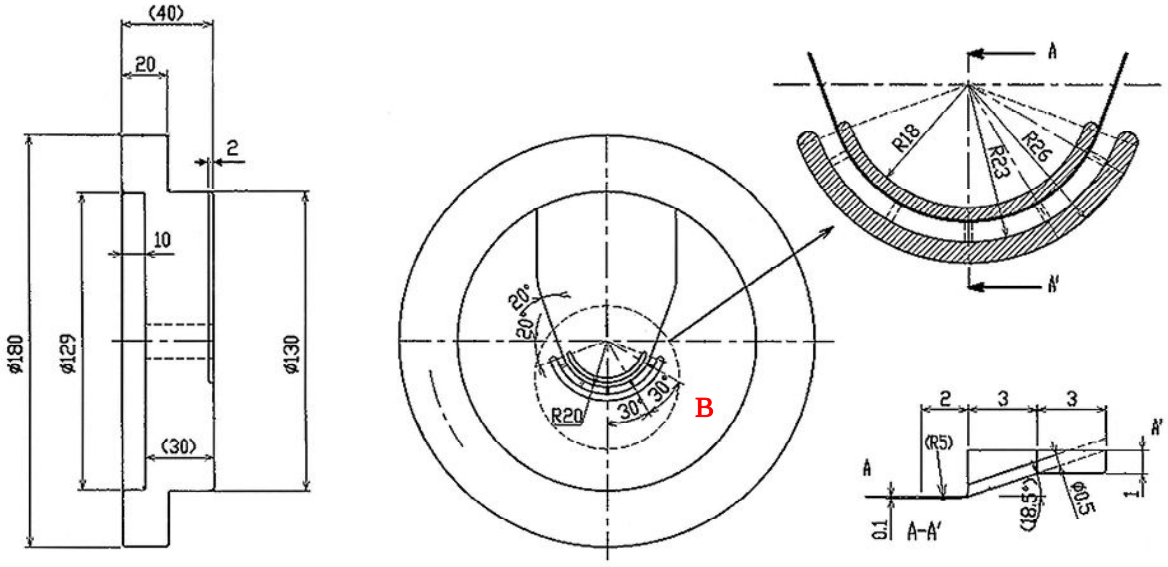


Fig.4.3.6 Principal dimension of upper extrusion die with lubricant pocket

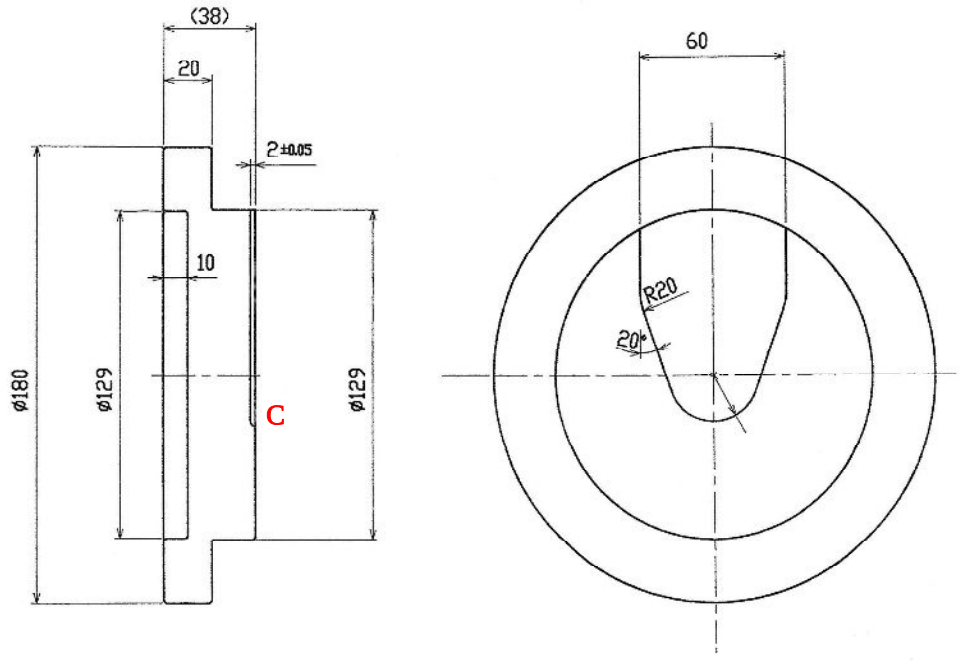


Fig.4.3.7 Principal dimension of lower die

4.3.2.3　実験結果および考察

(1)成形性

一般的なマグネシウム鍛造温度である約 300℃に比較して、本法では更に低温の 200℃において、良好な成形品を得ることが出来た。(Fig.4.3.8) しかし成形長 135mm 程度までは約 0.5sec の加工時間で成形可能であるが、この後は、プレスの最大荷重 700KN でも成形できず停止した。これは棒材の押出の金型対向部に繰り返し棒材が押圧摺動したことから、潤滑剤の膜切れを生じて摩擦係数が上昇したものと思われる。このため成形長 135mm 以上の場合には、成形途中で金型を開いて潤滑剤を再塗布することによって成形することが出来た。

(a)　Billet　　(b) Products

Fig.4.3.8 Forging billet and products

2)金型条件による成形性評価結果

実験条件①では、押出シリンダーの耐荷重の上限である 650KN までの加重付与では成形できなかった。本条件では、特に特徴的な条件設定は、押出シリンダーの出口コーナ R を 0 とした点にある。

より厳しいせん断変形付与に有効と思われたコーナ R=0 であったが、変形抵抗の増加により上限荷重を超えたものと思われる。またコーナ R=0 であることで、被加工材（ビレット）のカジリが発生したことによって焼き付きを生じたことで成形荷重が増加した可能性もある。

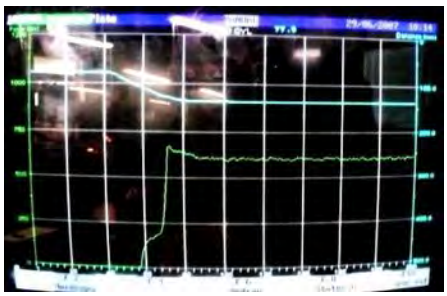
Table 4.3.9　　Forging test result of condition No.1（①）

No		①	Result
Cylinder corner radius	A	0 mm	Impossible to forge
Lubricant supply pocket	B	Non	
Die corner radius	C	2 mm	
Diameter of Cylinder	D	Φ36.5	

実験条件①において成形不可であった結果を受けて、押出シリンダーの出口コーナ R を 1mm 付与し、材料流動性を改善した。この結果、Table 4.3.10 に示したように成形可能となった。

成形後のダイスの表面状態を Fig.4.3.8 に示したように、摩擦痕は棒材ビレットが押しつけられる対向面ではなく、開口したスリット面付近に放射状に発生していた。摩擦痕の起点はスリットに入る位置から約 10mm 程度の範囲であり、以降の領域では発生しなかった。

Table 4.3.10　　Forging test result of condition No.2（②）

No		②	Result	Load stroke diagram
Cylinder corner radius	A	1 mm		
Lubricant supply pocket	B	Non		
Die corner radius	C	2 mm		
Diameter of Cylinder	D	Φ36.5		

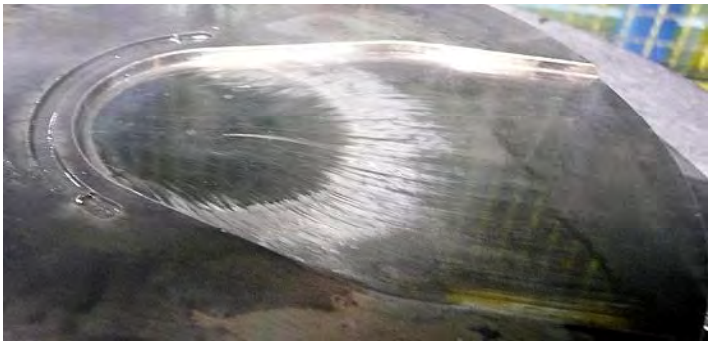


Fig.4.3.9　Outlook of die surface

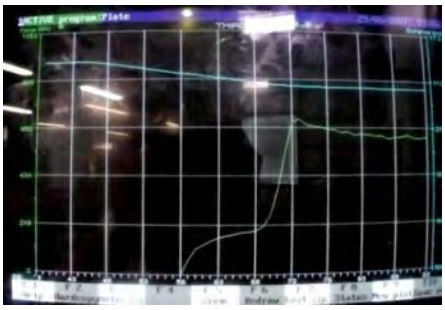
成形品を Fig.4.3.10 に示した。成形荷重が過大であることから、押出シリンダーおよび上下金型の合わせ面にバリが観察された。このため更に成形荷重を低下させる金型構造が必要であると考えられた。

Fig.4.3.10　Outlook of products

更に、ダイスコーナ R の影響を調べるために、ダイスのコーナ R を【2mm→0.2mm】に変更した。

この結果、Table4.3.11 に示したように、平面部の長さは事件条件②に対して短くなった。これはダイスコーナ R を小さくしたことで材料流動性が低下したために生じ、主原因としてはコーナ R が小さくなったことで、材料がコーナへ充満する際に大きな塑性変形を受け、新生面が生じて摩擦係数が上昇したためと推定できる。

Table 4.3.10　Forging test result of condition No.3（③）

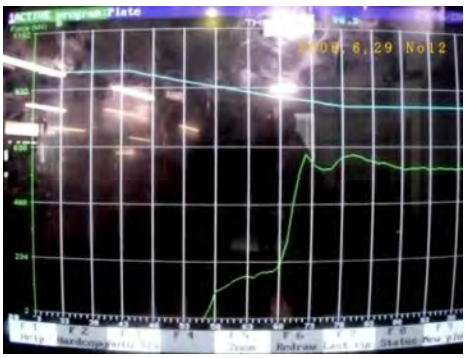
No		③	Result	Load stroke diagram
Cylinder corner radius	A	1 mm		
Lubricant supply pocket	B	Non		
Die corner radius	C	0.2 mm		
Diameter of Cylinder	D	Φ36		

実験条件④として、潤滑剤の不足を補う目的で潤滑ポケットを設置した。(金型図面は、Fig.4.3.7 参照) 一方で実験条件③では成形を低下させたダイスコーナ R は 0.2mm に固定した。また潤滑ポケットをダイスに加工する際に、押出シリンダー内径を潤滑ポケット幅分のみ拡大した。

この結果、実験条件②と同レベルまで成形性が向上した。これは潤滑ポケットの効果が現れたものと考えられる。一方、最終ストロークまで押出成形することは出来なかった。これはダイスコーナ R の影響もあるが、ポケット内に封入した潤滑剤の絶対量が不足したことが原因と考えられる。

ポケットの潤滑剤容量を拡大することで、対策が可能と考えられるが、Fig.4.3.10 に示したようにオイルポケット内に材料が入り込み、型に習っていた。このためオイルポケットの幅もしくは深さを大きくしても、材料が流入することによって材料流動抵抗が増加する事が予想されることから効果は限定的であることが理解できる。

Table 4.3.11　Forging test result of condition No.4（④）

No		④	Result	Load stroke diagram
Cylinder corner radius	A	1 mm		
Lubricant supply pocket	B	Exist		
Die corner radius	C	0.2 mm		
Diameter of Cylinder	D	Φ40		

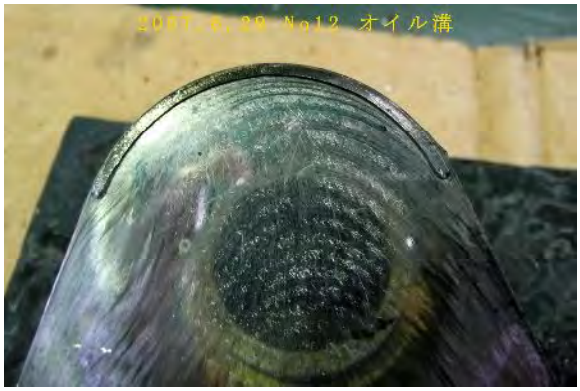


Fig.4.3.10　Outlook of products with lubricant pocket

4)成形品の硬度分布

押出成形品の断面硬度を測定した。

測定位置は Fig.4.3.11 に示したように、Φ36 の CREO 処理した棒材部分と押出された板材部分を測定した。

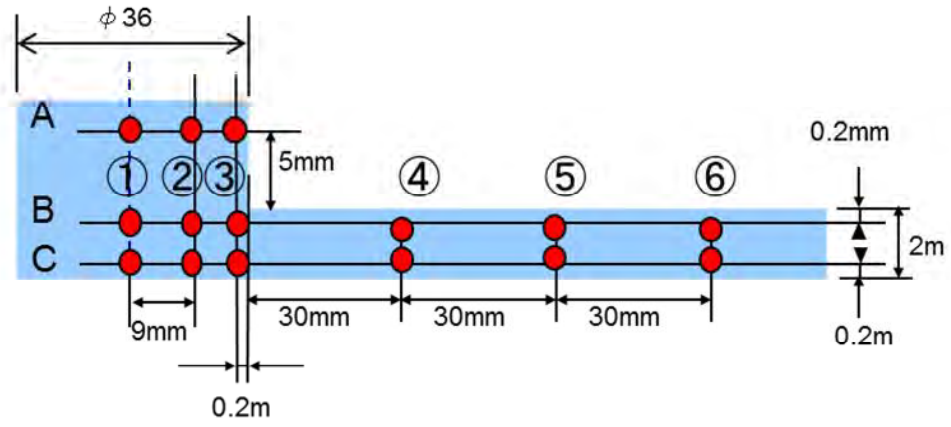


Fig.4.3.11　Measuring position of extruded sample of AZ61

測定対象としたのは、Table 4.3.11 に示した成形条件で得られたサンプルとした。すなわち最も良好な成形条件のサンプルであり、押出シリンダーのコーナ R は 1mm、ダイスコーナ R は 0.2mm、押出シリンダー系はΦ40 であり、潤滑剤ポケットを設置した金型を使用した。

①棒材部分の硬度分布

硬度測定結果 Fig.4.3.12 において、CREO 処理した棒材部分が A のデータで示した。AZ61 の素材段階での硬度は Hv=65 程度であり、CREO 処理によって Hv で 20 レベルの硬度上昇が得られていることが分かる。また CREO 処理の特徴でもある、中心部の素材粗大組織残留のため A2 位置での硬度が、A1、A3 で示される棒材外周部に比較して低い硬度を示した。

押出の出口側に近づく B 位置のデータでは、棒材の内外硬度差が均一化したものの、外周部硬度は素材（A1、A3）に対して硬度低下が見られた。金型による 200℃加熱では、4.4.3.3 で示したように硬度低下するとは考えられない。B1~B3 の範囲では押出変形は僅かであると考えられ、横押出加工による微細化と硬度上昇の効果は得られないことが予想される。従って押出に際して生じる摩擦発熱によって硬度低下する温度まで棒材表層部分が上昇した可能

性がある。

C 位置においては、横押出方向の C3 ほど高い硬度を示した。4.1.3.2 項の拡張押出マクロエッチング組織と同様に、底面での横方向の強い材料流動が発生したことから、摩擦発熱による軟化を上回る微細化が進んだのではないかと考えられた。

②板材部分の硬度分布

板材部分の硬度は全般的に、CREO 処理後に対して低下傾向となった。押し出された板材先端付近の硬度が最も高く、根元に近づくほどに硬度低下が顕著になった。これは押出の加工発熱および素材と金型の摩擦発熱が発生し、成形の後期である根元に近いほどに、熱が金型に蓄積され温度が更に上昇したことが原因と考えられる。

板形状を形成する金型は、Fig.4.3.5 に示したように、板形状で金型と素材が接触する部分が短いが、更に接触部分を短くし空圧による成形品の冷却などを加える事で硬度低下は抑制可能と考える。

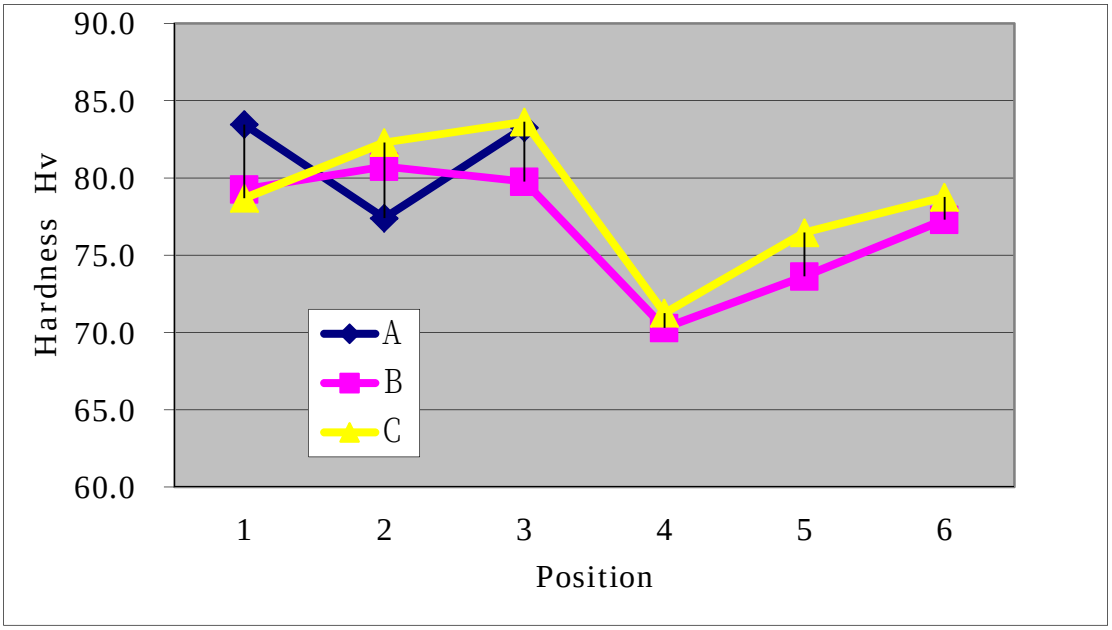


Fig.4.3.12 Cross section hardness distribution of extruded sample of AZ61

5)結晶組織観察結果

押出サンプルの光学顕微鏡組織を Fig.4.3.13 および Fig.4.3.14 に示した。測定対象としたのは硬度測定に同じく、Table 4.3.11 に示した成形条件で得られたサンプルとした。すなわち最も良好な成形条件のサンプルであり、押出シリンダーのコーナ R は 1mm、ダイスコーナ R は 0.2mm、押出シリンダー系はΦ40 であり、潤滑剤ポケットを設置した金型を使用した。

棒材領域である A 列の組織は、Fig 4.3.13 に示したように、微細粒と粗大粒が混在したものとなった。押出下進行する B 列から C 列に移行する事で、粗大粒の比率が減少する傾向を示した。

これは横押出によるせん断および曲げひずみ付与によって、CREO 処理段階では残留していた粗大粒が微細化され比率が減少したもの考えられる。

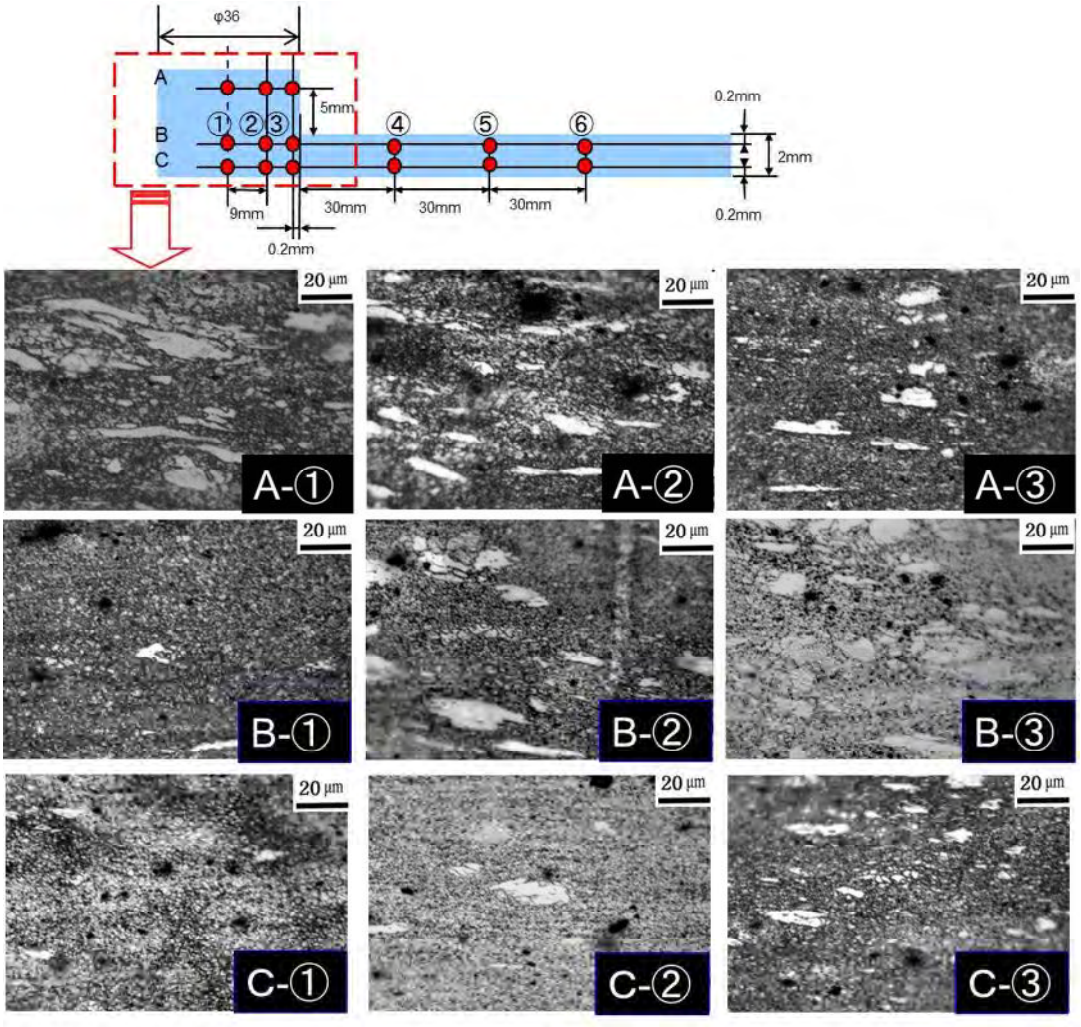


Fig.4.3.13 Cross section microstructure of extruded sample of AZ61

押出された板材形状の領域における光学顕微鏡組織を Fig.4.3.14 に示した。板材領域では何れの位置においても粗大粒は消失し、微細均質組織となった。横方向押出によって強いせん断ひずみが付与されて粗大粒が微細化したものと考えられ、非常任均質性の高い結晶組織を得る事が出来た。

このように横押出によって結晶組織が大幅に改善され、微細均質な結晶組織を得る事が可能であることが分かり、棒材から板材へ形状を変えるのみならず、結晶組織および特性を向上させる手法として有効であることが分かった。

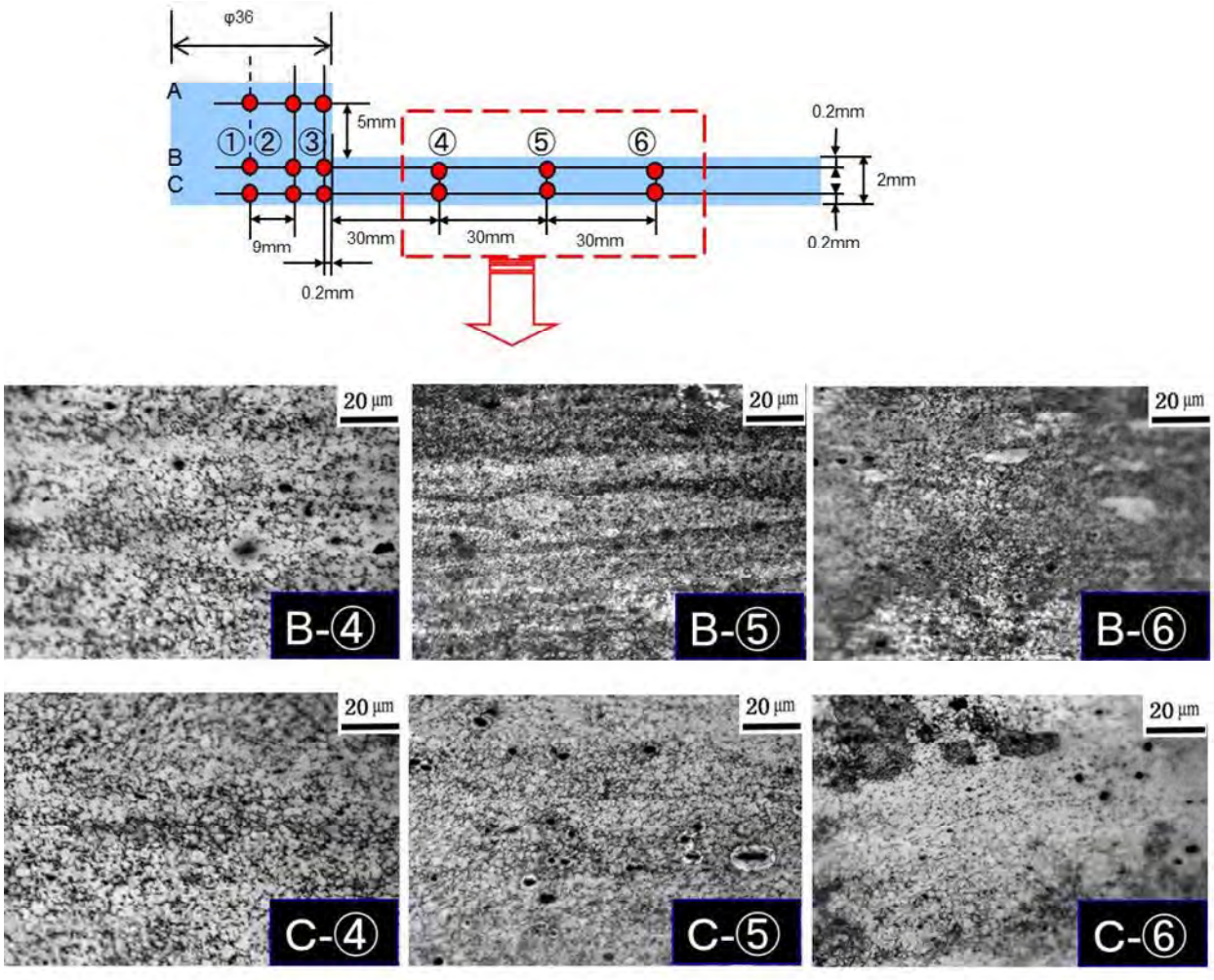


Fig. 4.3.14　Cross section microstructure of extruded sample of AZ61

4.3.2.4　1 方向横押出の結言

①一般的なマグネシウム鍛造温度である約 300℃に比較して、本法では更に低温の 200℃において、良好な成形品を得ることが出来た。

②成形長 135mm 程度までは約 0.5sec の加工時間で成形可能であるが、この後は、プレスの最大荷重 700KN でも成形できず停止した。これは棒材の押出の金型対向部に繰り返し棒材が押圧摺動したことから、潤滑剤の膜切れを生じて摩擦係数が上昇したものと思われる。

③金型形状において、以下の条件で良好な成形結果が得られた。

Table 4.3.12 Condition of tool design

No		④
Cylinder corner radius	A	1 mm
Lubricant supply pocket	B	Exist
Die corner radius	C	0.2 mm
Diameter of Cylinder	D	Φ40

④棒材部分において CREO 処理によって上昇した硬度は、押出口近傍で硬度の上昇した領域と加工した領域が見られた。硬度上昇は加工ひずみにより微細化して得られ、硬度低下は押出に際して生じる摩擦発熱によって硬度低下したものと思われる。

④板材部分における硬度分布は全般的に、CREO 処理後に対して低下傾向となった。押し出された板材先端付近の硬度が最も高く、根元に近づくほどに硬度低下が顕著になった。これは押出の加工発熱および素材と金型の摩擦発熱が発生し、成形の後期である根元に近いほどに、熱が金型に蓄積され温度が更に上昇したことが原因と考えられる。

⑤板形状を形成する金型は、Fig.4.3.5 に示したように、板形状で金型と素材が接触する部分が短いが、更に接触部分を短くし空圧による成形品の冷却などを加える事で硬度低下は抑制可能と考える。

⑥押出された板材形状の領域において、素材に残存していた粗大粒は消失し、微細均質組織となった。横方向押出によって強いせん断ひずみが付与されて粗大粒が微細化したものと考えられ、非常任均質性の高い結晶組織を得る事が出来た。

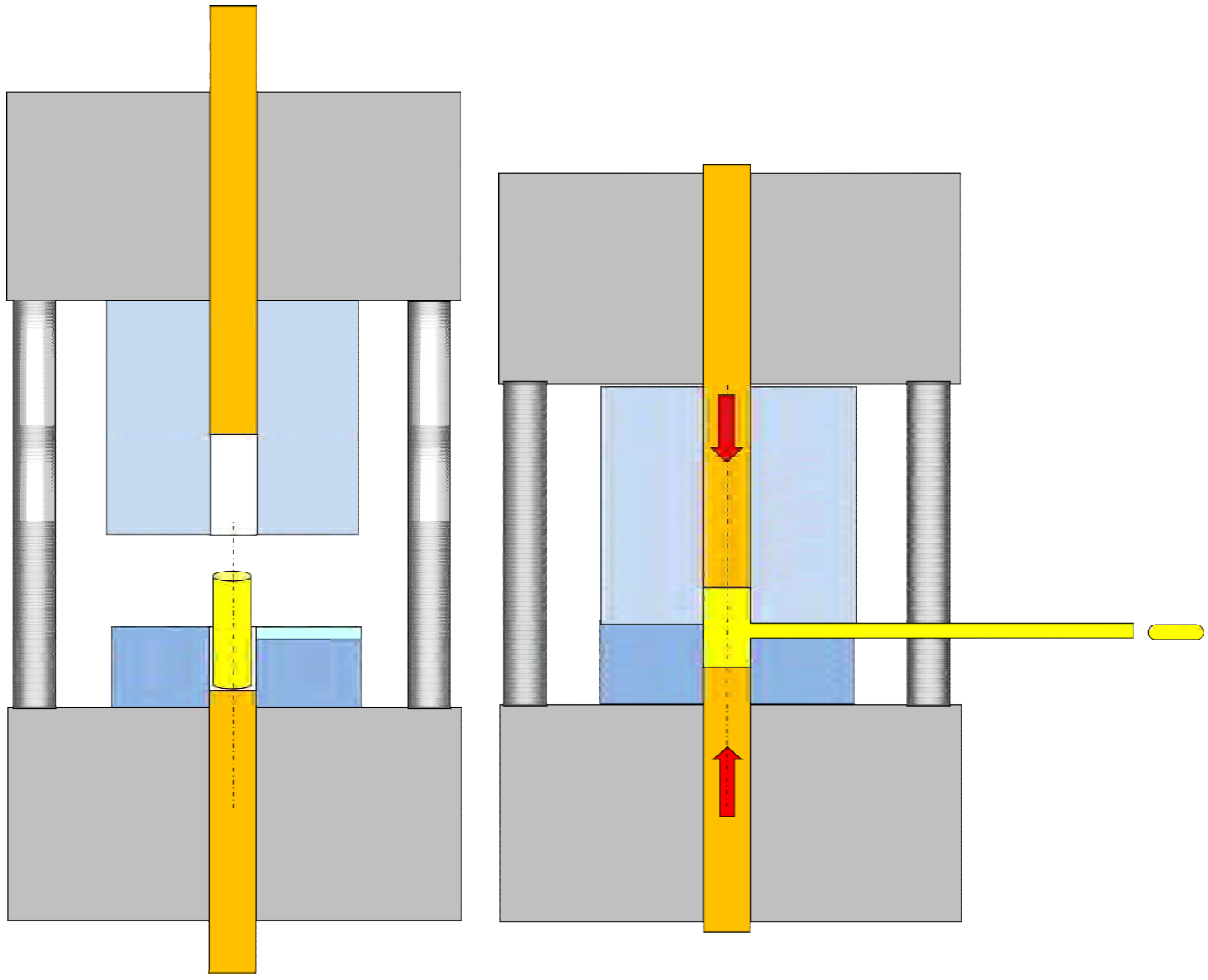
⑦横押出によって結晶組織が大幅に改善され、微細均質な結晶組織を得る事が可能であることが分かり、棒材から板材へ形状を変えるのみならず、結晶組織および特性を向上させる手法として有効であることが分かった

4.3.3　　2 方向板押出成形

4.3.2.1　2 方向板押出成形法の概念

摩擦力の問題を解決するために、棒材に上下 2 軸から同時に加圧して押出する 2 軸押出鍛造を試みた。加工概念を Fig.4.3.16 に示した。素材をプレスメインシリンダーで加圧保持し、上下のサブシリンダーにて素材を対向状態で押し込む。高い圧力となった素材は唯一開放された横方向の開口部である板形状空隙から押し出される。

この時、上下のシリンダーの速度が不連続に不一致の場合には、素材押出部に板材の押出に対して直交するせん断ひずみが発生し、切断に至ることが予想される。このため成形にはサーボ機能付きのプレスシリンダーは不可欠であり、かつサブシリンダーのメカニカルサーボプレスは製作されていないことから、油圧サーボプレスが不可欠な設備となる。



(a)　Open position　　(b)　Forging

Fig.4.3.16　　General picture of lateral Extrusion from 2direction

4.3.2.2　実験条件

(1)素材製造条件

素材として AZ61 マグネシウム合金を使用した。基本成分は Table.4.3.1 に示したように、マグネシウムを基本元素として約 6%のアルミニウムおよび約 1%の亜鉛を添加した中高強度に分類される Mg-6Al-1Zn 押出合金である。

供試材の成分を Table4.3.1 に示す。

Table 4.3.13 Chemical components of AZ61

Mass%

Al	Zn	Mn	Cu	Si	Mg
6.05	0.76	0.24	0.001	0.01	Bal.

本章では Φ30mm の AZ61 押出材を CREO 処理して使用した。CREO 処理条件は、捻り変形による加工発熱を含まない状態で 300℃の条件で、回転数 8rpm、横移動速度 300mm/min にて微細化処理を行った。

加熱両端の水冷は、水量を増加させつつ加熱部への不安定な水の流れ込みを抑制するため、給水とは反対側に真空吸引する装置を使用した。1 方向横押出成形時と異なるのは、水量増加のみであるが、マグネシウム合金の場合には熱容量が小さいことから、過剰側に水量を増やしたのみで CREOS 処理時の曲がり発生低減以外には影響は無いと考えられる。

CREO 処理条件を Table 4.3.14 および、CREO 処理後の素材外観を Fig.4.3.17 に示した。

Table.4.3.14　Condition of CREO

Material		AZ61
Diameter		Φ30mm
CREO temperature		300℃
Rotation speed		8rpm
Transfer speed		300mm/min
Water cooling volume	Forward	15 L/min
	backward	30 L/min
No.		CAZ61　D30 100824

Fig.4.3.17 Outlook of CREO treated AZ61

(2)　押出鍛造プレス

2 方向押出成形に使用したプレスは、1 方向横押出成形に使用したものを使用した。

(3)成形条件

横押出鍛造は、上型内に Φ36 のシリンダーを形成し、上方よりパンチを下降させて金型内に素材を充満させる。横方向に設けた 2mm 厚の板形状開口部より材料が押し出した。金型には棒材押出部外径Φ36 から扇状に幅 60mm に拡大されるよう金型基本形状を決めた。（Fig.4.3.4）素材押出方向に対向する金型の外観を Fig4.3.5 に示した。

鍛造加工には、金型加熱装置を取り付けた AP&T 社製の油圧 NC 制御 4 シリンダープレスを使用し、473K(200℃)の恒温状態で加工した。

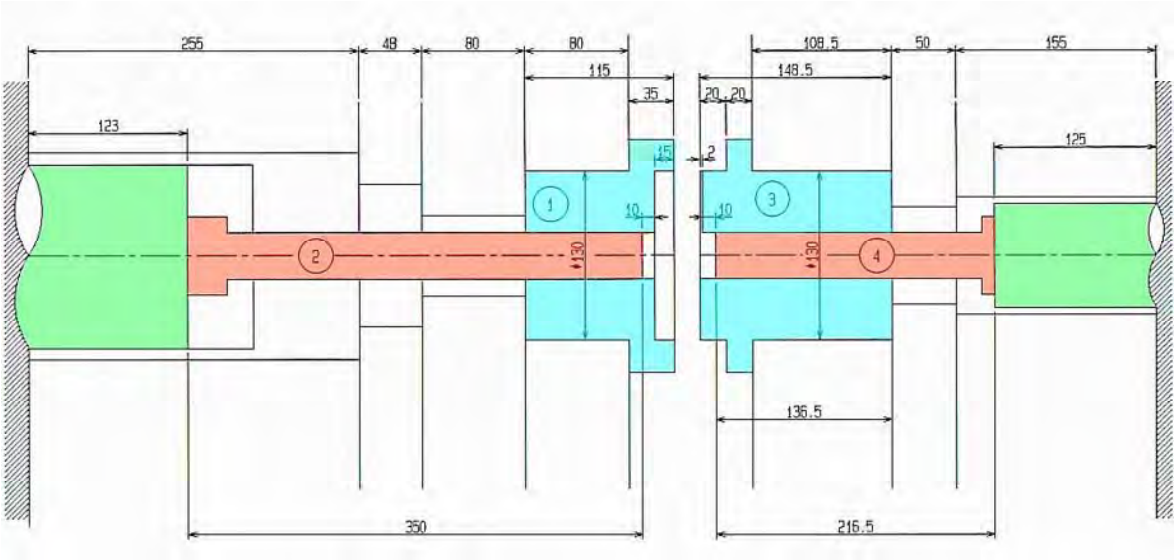


Fig.4.3.18 Outlook of extrusion area of principle tool

(4)金型の寸法形状

2 方向横押出成形では、1 方向押出にて良好な成形結果であった条件にて金型を製作した。ただし潤滑ポケットは、押出シリンダー追加のため設置できなかった。また押出シリンダーのコーナ R は、上下位置での設置が金型構造上で不可能であったため、0.2mm とした。

すなわち Fig.4.3.19 に示したように、ダイスコーナ R：0.2mm、押出シリンダーコーナ R：0.2mm、押出シリンダー径：Φ36.5mm とした。

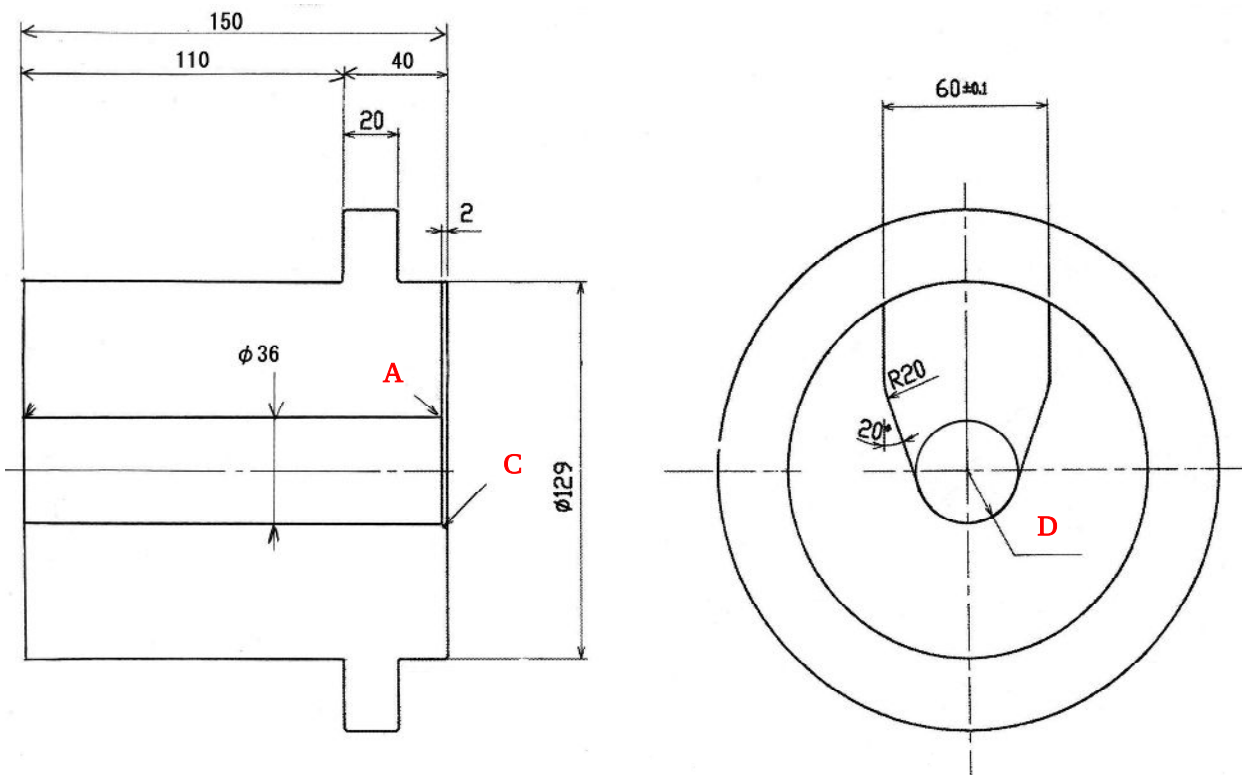


Fig.4.3.19 Principal dimension of extrusion die

Table 4.3.15 Condition of tool design

No		①
Cylinder corner radius	A	0.2 mm
Lubricant supply pocket	B	Non
Die corner radius	C	0.2 mm
Diameter of Cylinder	D	Φ36.5

Fig.4.3.20 Outlook of lower extrusion die

Fig.4.3.21 Outlook of upper extrusion die

(5)引張試験条件

2 方向横押出成形については引張試験を実施した。Fig.4.3.22　に試験片の切り出し位置を，Fig.4.3.23 試験片の寸法形状を示した．引張試験片は、押出方向に対して、0deg、45deg、90deg の 3 方向から切り出しを行った。引張試験は，オートグラフ精密万能試験機 AG-X (㈱島津製作所製)を用いて、クロスヘッド速度 0.5mm/min にて実施した。

Fig.4.3.22　Position of tensile test specimens

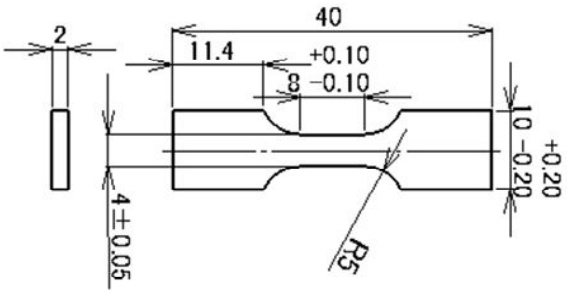


Fig.4.3.23 Dimension of tensile test specimens

4.3.2.3　実験結果および考察

(1)成形性

2 方向からの同時押出成形によって、Fig.4.3.24 に示したように、潤滑剤の再塗布等無しに高速で押出加工することが可能となった。当初は、プレスの上下押出シリンダーの速度制御のみで 2 方向からの押出速度を同期させることを検討したが、上下の速度差が解消できず、結果的に上下で 30KN の補償荷重を付与する事で上下シリンダーの速度を同期させることが可能となった。

また 1 方向押出では 600KN を付与しても途中停止したが、2 方向押出では 550KN 程度の荷重で押出長約 470mm まで成形することが可能となった。

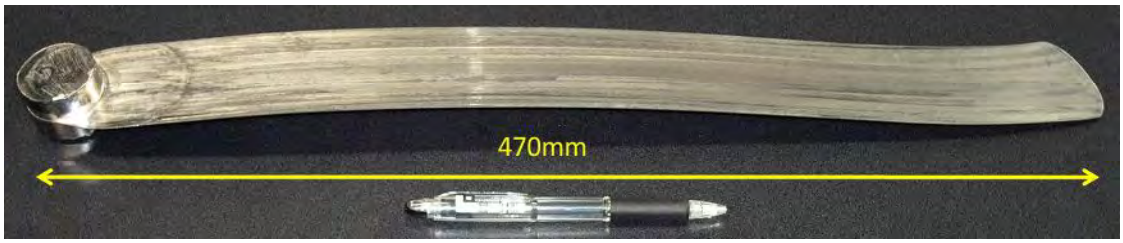


Fig.4.3.24　Outlook of lateral extrusion product from 2 direction

ただし金型による押出に対して直行方向の拘束距離が非常に短いこともあり、曲がりが多く発生した。これは金型構造の問題であり、ガイド等で曲がり拘束することによって解消するレベルであると考えられる。

Fig.4.3.25　Outlook of lateral extrusion product from 2 direction

成形の進行状態を Fig.4.3.26 に示した。

円柱棒材の素材ビレットを上下から加圧すると、開放された空隙から矩形断面

に押し出されてくる。押出の進行に伴って、扇形状に広がり最大幅である60mm幅の状態まで拡張されると、以降は一定幅で押出が進行する。

成形完了時点で板状部が棒材部から脱落したものが見られたが、これは上下シリンダーが成形完了して停止したタイミングで、上下の停止位置にズレを生じてせん断ひずみが発生したことが原因と考えられる。

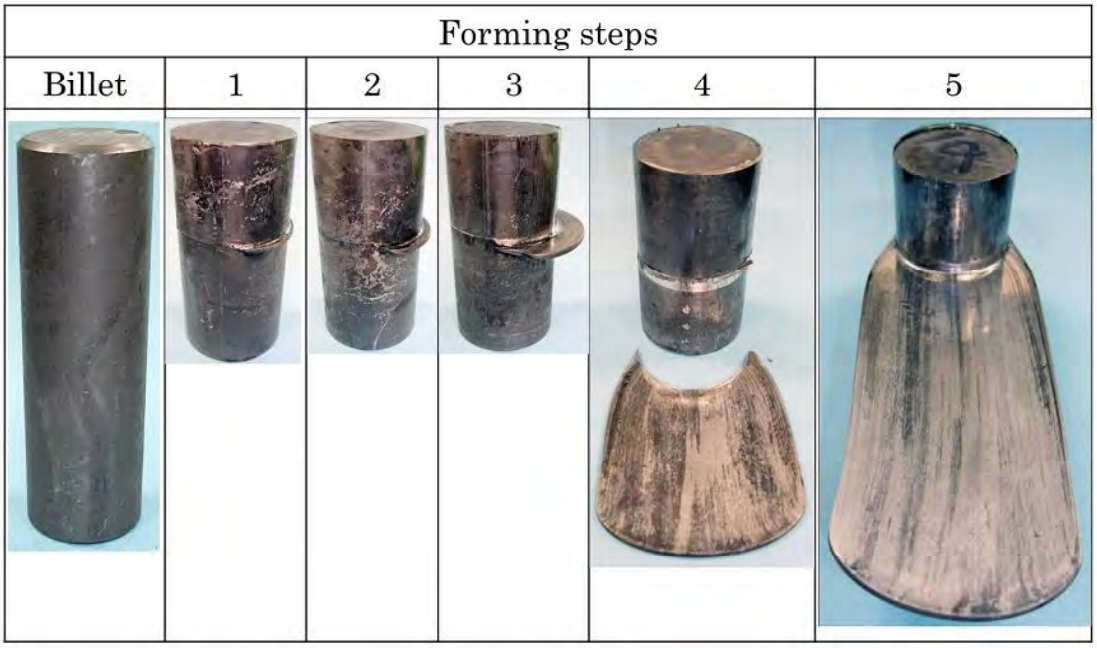


Fig.4.3.26　Outlook of forging steps

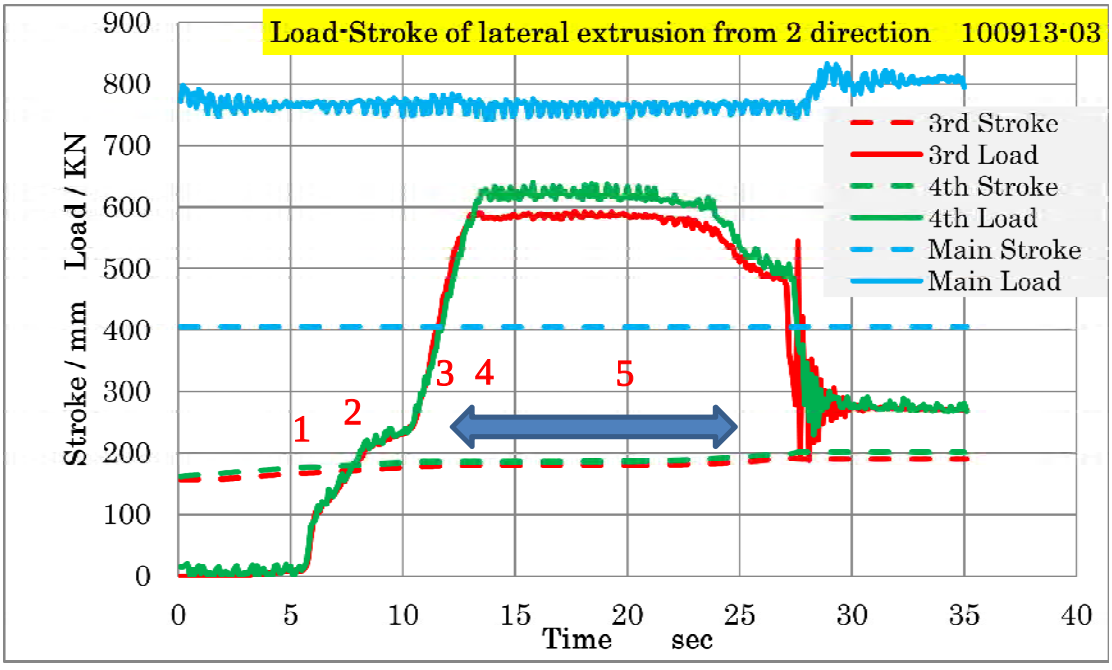


Fig.4.3.27 Load stroke diagram

(3) 成形荷重

成形時の荷重ストローク線図を Fig4.3.28 に示し、図中に Fig.4.3.27 の各成形ステップの No を記載した。ステップ 1 にてΦ30 のビレットがΦ36 のシリンダー内径まで圧縮されて充満する。横方向にも材料流動を開始して、板状成形部が扇状に拡幅する。最大荷重点であるステップ 4 付近にて、板状成形部で金型との接触が最大となる。以降は、成形中の荷重が安定化して、ストロークエンド到達で荷重低下する。ステップ 4 からステップ 5 の区間は、プレス設備の荷重不足もあり、パンチの移動が非常に遅い状態となり、Fig4.3.28 での両矢印区間で緩やかに押出成形が進行する事が分かった。

また　成形完了時に破断状態を観察するために、成形品を樹脂埋めして断面形状を観察した。（Fig.4.3.27）

クラック発生は、棒材と板材の境界部のみであり、押出成形された板材領域にクラック等の欠陥は観察されなかった。また成形条件による傾向差も観察され買った。

このため成形完了時の,シリンダーのオーバーシュート量の差が生じて、せん断亀裂が入ったものと推定できた。

せん断亀裂を抑制するためには、金型を衝突停止させることで、メカニカルに正確な停止位置をえること等が考えられる。

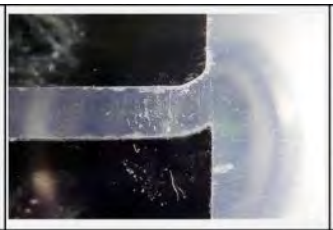
Outlook				
Cylinder height		31.2mm	15.0mm	6.4mm
Stroke		68.8mm	65.0mm	73.6mm
Billet length		100mm	80mm	80mm
Load	Upper	730KN	730KN	730KN
	Lower	700KN	700KN	700KN
Forging temperature		200℃	200℃	200℃
Material		AZ61	AZ61	AZ61

Fig.4.3.28　Cross section photo of extrusion area

押出を限界まで押し込んだ状態での板状成形部の状況を確認した。押出荷重を低下させて成形するため、ビレット長さを 20mm まで短縮化して押出成形を実施した。

押出完了部近傍では、波打状態が顕著に発生した。押出シリンダーに残留する棒材部が一定以下に低下することによって、材料流動が並行流から乱流状態に移行したことが推定できる。

Table 4.3.16　Forging condition

No.		100913-11
Billet length		20mm
Remain rod height		4.8mm
Stroke		15.2mm
Load	Upper	618KN
	Lower	580KN
Temperature		200℃
Material		AZ61

Fig.4.3.29　Outlook of short billet forging

(4)金型摩耗

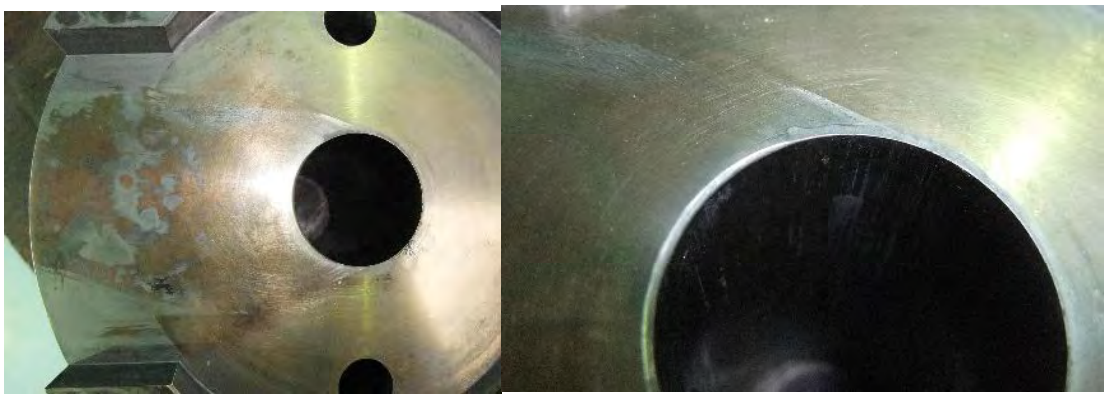
型の同一箇所が素材を接触し続けるが、金型材質にハイスを使用する事で、金型損傷は顕著には観察されなかった。

押出パンチは、素材を押し出すため高面圧を受ける部分となる。押出パンチには長さ 10mm のランド部を形成し潤滑および被加工材の溶着による成形荷重の増加を抑制する構造とした。成形前では全面に塗布されていた潤滑剤が鍛造時の押出によってランド部の潤滑は大半が消失する状況にあった。鍛造加工後のパンチランド部には押出方向の擦痕が押出方向に並行に観察されたが、顕著な焼き付き等は見られなかった。

(a) Before forging (b) After forging
Fig.4.3.30 Outlook of extrusion punch

鍛造後の上型表面を観察すると、板形状の端部のみに若干の素材凝着状の痕が見られるのみであった。（Fig.4.3.30 ）押出シリンダーコーナ R 部であり、かつ板の幅方向端部の領域に潤滑剤の付着が見られた。これはシリンダー内部から押し出された潤滑剤がしごき出されたものと思われるが、素材の凝着や摩耗は観察されなかった。

また押出シリンダーコーナ R 部から板形状へ移行する領域に、数 mm レベルの幅で金型の光沢面が生じており、金型摩耗する可能性のある領域であることが分かった。



(a)　Overall appearance (b)　Detailed image
Fig.4.3.31 Outlook of upper die surface after forging

板形状を彫り込んだ下型表面を観察すると、板の幅方向端部に潤滑剤の堆積が見られた。金型の摩耗の兆候が見られるのは、上型に同じく押出シリンダーコーナ R 部から板形状へ移行する領域のみであった。

Fig.4.3.32　Outlook of lower die surface after forging

押出シリンダー内部を観察すると、Fig.4.4.33 に示したように素材の焼き付きが観察された。
これは押出シリンダーとダイスの間に入り込んだマグネシウム素材が高い圧力によって金型に凝着したものと考えられる。

今後はクリアランスおよび潤滑剤等の最適化をはかる必要がある。

Fig.4.3.33　Inner surface of extrusion cylinder

以上のように、押出以降の金型表面には摩耗および凝着の傾向は低かったが、押出シリンダー内部への焼き付き・凝着について対策が必要であることが分かった。

(5)　引張試験結果

押出速度を高速と低速の 2 水準にて設定し、板状成形部の引張試験を行った。プレスの吐出量を制御して成形した 2 種について、荷重ストローク線図を Fig4.3.34 および Fig.4.3.35 に示した。最初にメインシリンダーが上下の金型を勝つ保持する。

保持後に上下の 3rd4th シリンダーを移動させるが、移動当初は金型内を移動しているのみであり、素材に接触していないため荷重上昇は見られない。次に第 1 段階の荷重上昇が発生するが、これは金型キャビティに対して細いビレットを使用しているため、ビレットが単軸圧縮されて金型内に充満している工程となる。

板形状の押出は、3rd4th の荷重がピークに達して定常状態を続けている状態で

行われる。

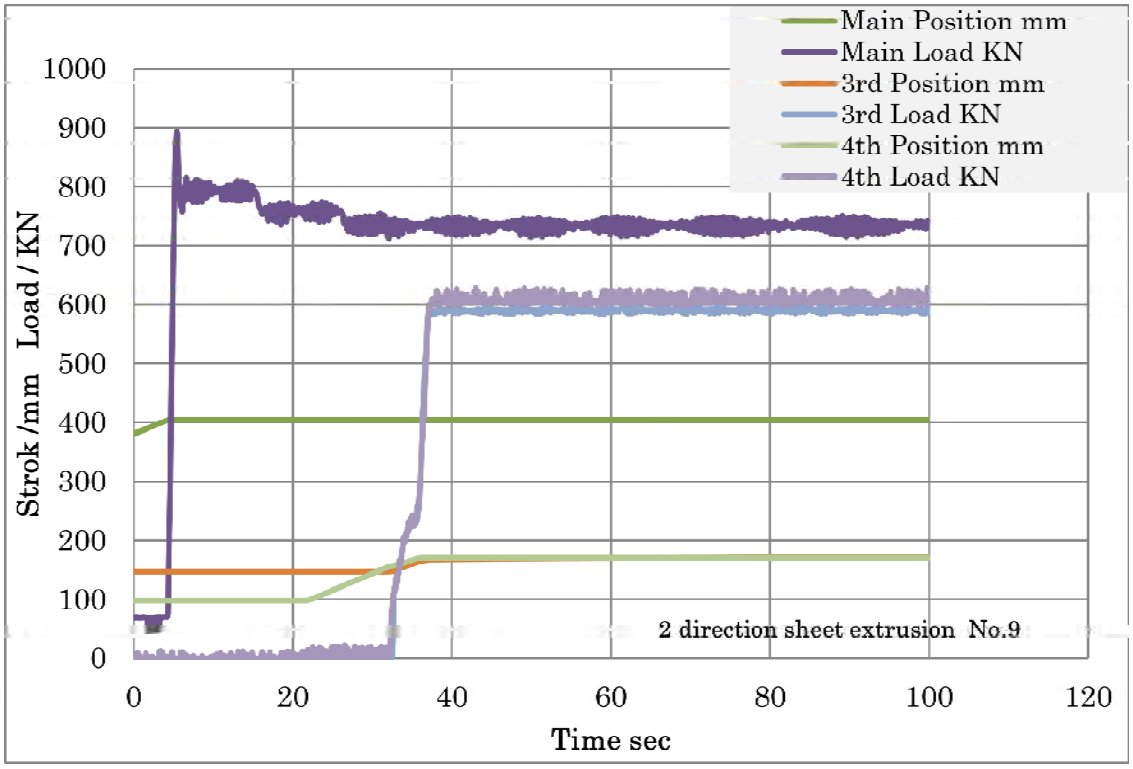


Fig.4.3.34 Load-stroke diagram of Low speed forging

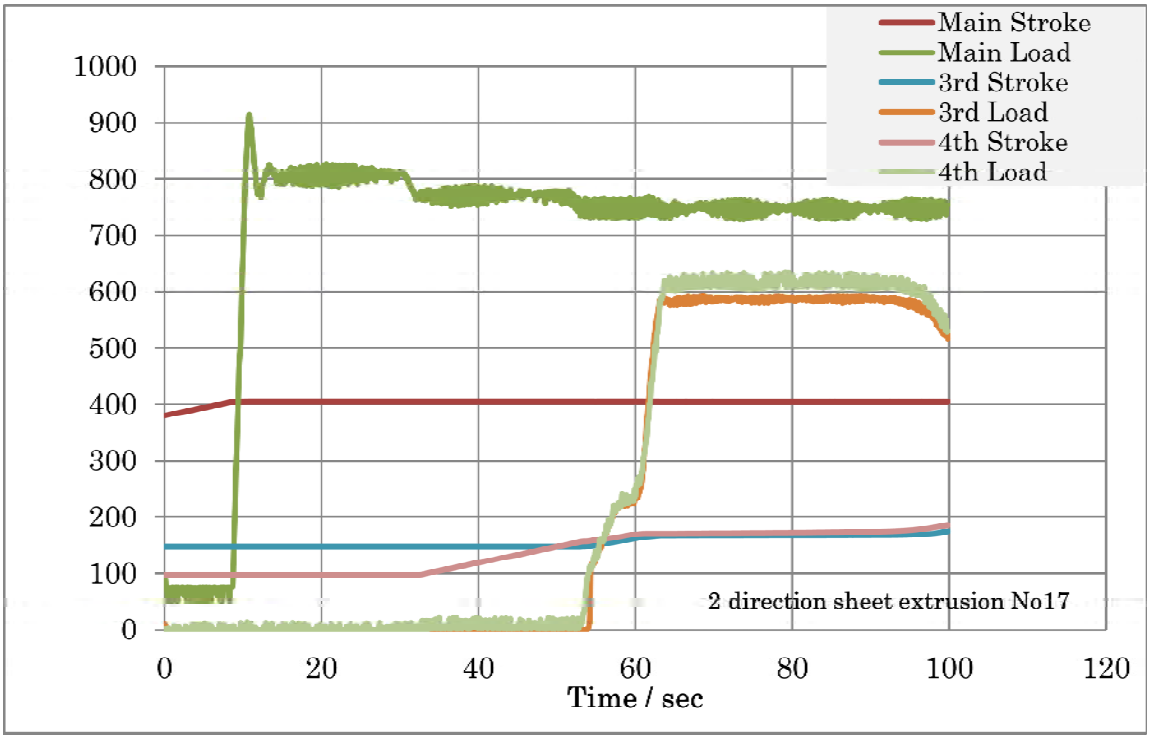


Fig.4.3.35 Load-stroke diagram of High speed forging

このため板状成形の押出速度を算出するには、荷重定常状態でのストローク～時間ダイアグラムから読み取る必要があるため、3rd 4th シリンダーのストローク
～時間ダイアグラムを Fig.4.3.36 および Fig.4.3.37 に示した。

押出速度の測定範囲は、ストローク～時間ダイアグラムの中で、朱書き矢印で示した範囲を選定した。

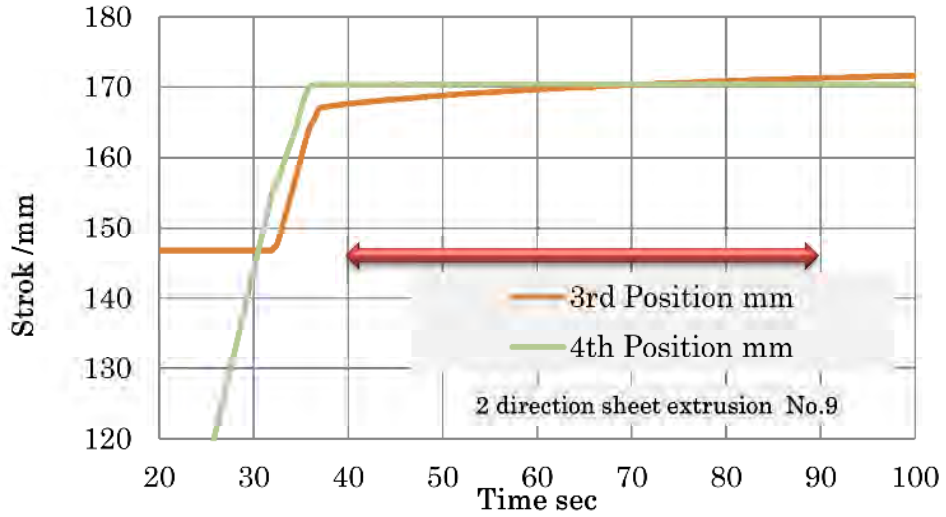


Fig.4.3.36　3rd and 4th cylinder Stroke-Time diagram of low speed extrusion

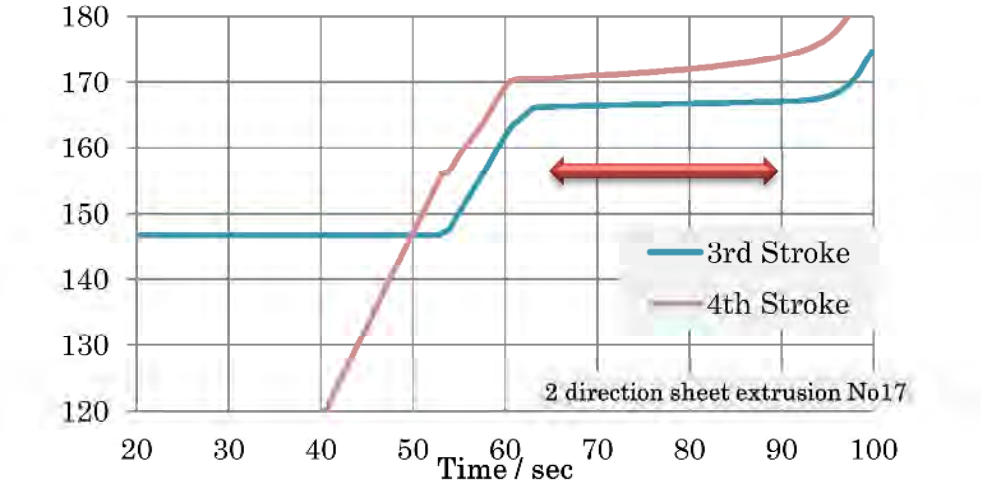


Fig.4.3.37　3rd and 4th cylinder Stroke-Time diagram of high speed extrusion

以上より、2 種類の条件で算出した押出速度を Table 4.3.17 に示した。板材領域の押出速度を 2 水準で約 2 倍の速度差を付与した。

Table 4.3.17

	Low speed(No9)	High speed (No17)
3rd+4th Cylinder extrusion speed	0.076mm/sec	0.168mm/sec
Sheet area extrusion speed	0.644mm/sec	1.424mm/sec

2 種類の引張試験を実施し、低速における結果を Fig.4.3.38 に示した。引張強さは 350N/mm^2 を超える値を示し、素材レベルでの引張強度である約 280KN に対して、約 20%の強度向上となった。これは 4.2.3.7 項で示した角筒押出成形品の引張試験結果と類似した結果となった。

引張方向による異方性は非常に小さく、引張方向による差は殆ど見られなかった。

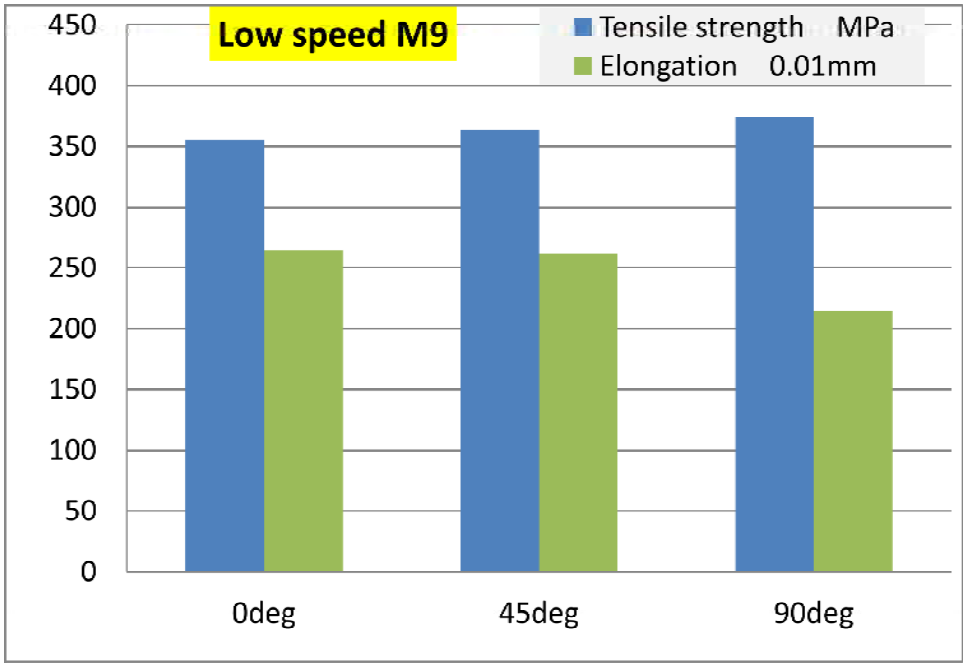


Fig.4.3.38 Tensile test result at low speed

一方、押出速度を約 2 倍に高速化した押出条件においては、引張強度が低速押出条件に比較して強度低下し、約 310MPa レベルとなった。(Fig4.3.39) この条件においても素材引張強度に対して 10%程度の強度上昇が得られた。破断伸びについては、低速押出条件では 2.2～2.7mm であったのに対して、高速押出条件においては 2.45～3.05mm であり、高速押出条件の方が 20%程度向

上した。

これは高速押出条件の方が、加工発熱の影響が大きくなったことが原因と考えられる。

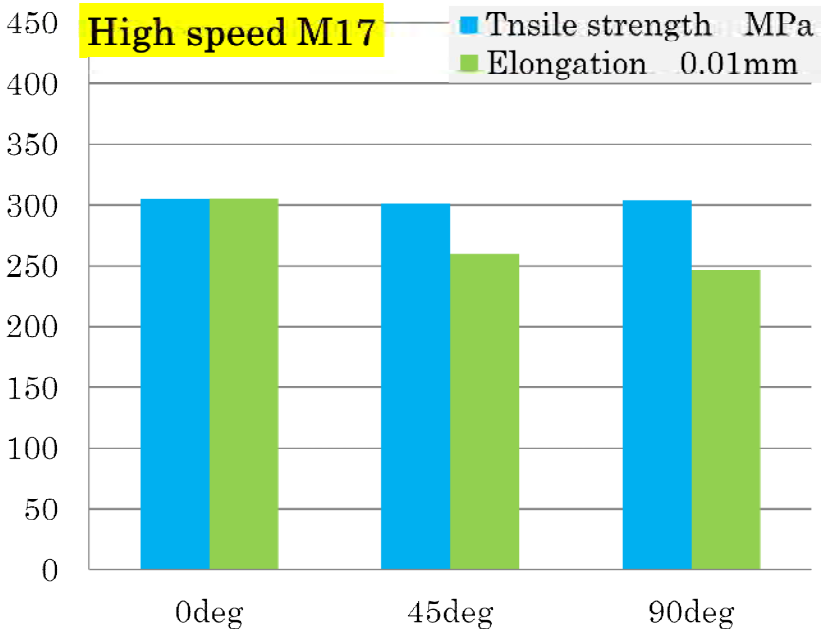


Fig.4.3.39 Tensile test result at high speed

4.3.2.4　2 方向横押出の結言

1) 1 方向押出に対して、2 方向押出成形は低荷重で成形することが可能となり、ビレット長さ 100mm から、押出長さ 470mm のフルスケールで成形することが可能であった。

2) 上下方向からの 2 方向押出での懸念材料であった、上下シリンダーの同期については問題なく、成形された板状成形部において破断などは発生しなかった。

3) 金型損傷については、押出シリンダー内部への素材の焼き付きが観察された。
現状において問題は発生していないが、今後はシリンダー部の金型材質および潤滑剤について改良を加える必要があると考えられる。

4) 板状成形部の引張試験を行い、低速押出においては角筒押出における低速押出と同等の引張強度となり、素材に対して約 20%強度上昇した。

5) 高速押出においては、引張強度の素材に対する向上幅は約⑩%に留まったが、低速押出に比較して約 10%の破断伸び向上した。

4.3.4 結　言

マグネシウム合金 AZ61 を CREO 処理で結晶粒微細化する事によって、200℃の低温で、板横押出鍛造が可能である事が分かった。また 2 方向押出化することによって、低荷重で良好な成形性を実現する事が出来た。

また CREO 処理による結晶粒微細化と低温に温度制御した大きなせん断ひずみ付与した横押出成形の相乗効果によって、高い引張強度を得る事が可能となり、素材から鍛造加工を通した結晶制御および機械的促成制御と向上が可能であることが明らかとなった。

以上の横押出成形が可能となったことで、連続的に結晶粒微細化可能な CREO 処理における課題であった板形状素形材の製造へ一つの可能性を提示できた。

横押出成形は,Fig.4.3.40 に示したように、板押出成形とプレス成形を組み合わせることが可能となる。CREO 処理と横押出成形によって結晶粒を微細化して極めて高い成形を得た板状素形材を、最も成形性の良い加熱状態を保ったままでプレス成形することで、Fig.4.3.41 に示したような複雑形状のプレス成形品を高精度に成形することが可能となり、かつ得られた成形品は高強度のものとする事が可能となる。

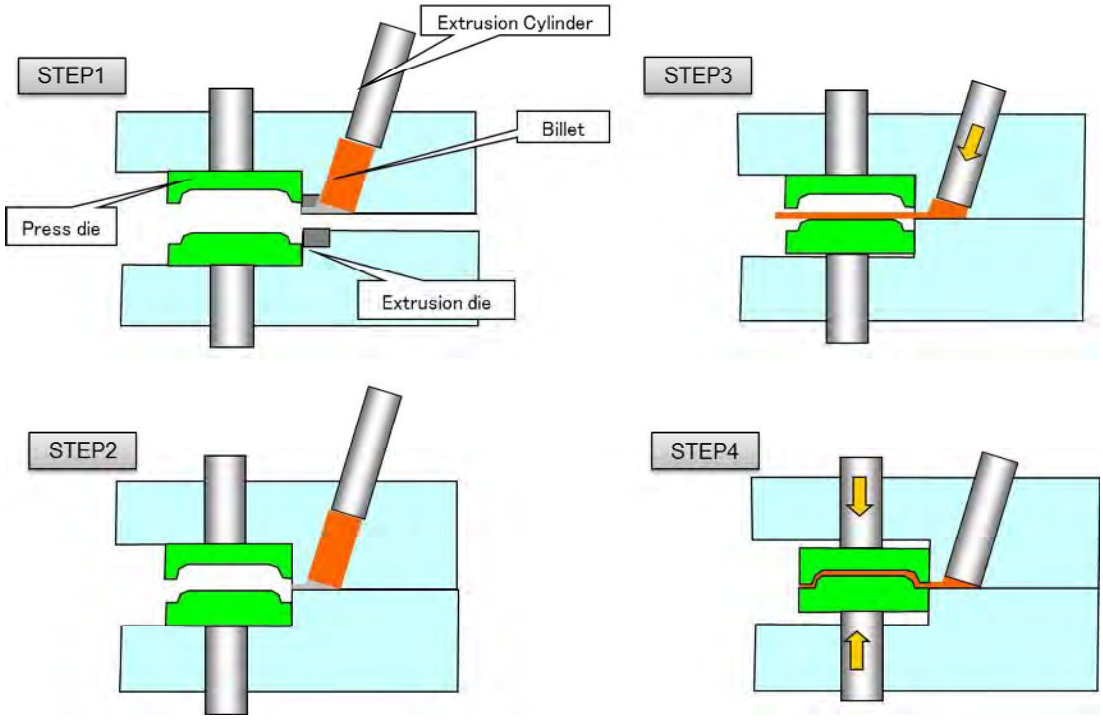


Fig.4.3.40　Application of lateral sheet extrusion forging

また押出形状は金型によって断面形状を変更可能である。中空成形も可能であることから、押出とプレスの連動によって多様な形状を、少ない金型で成形することが期待できる。

以上のように、CREO 処理および板横押出成形、そしてプレス成形を組み合わせることで、良好な機械的促成を持ちながら、複雑形状の成形品を得る事が期待できる。

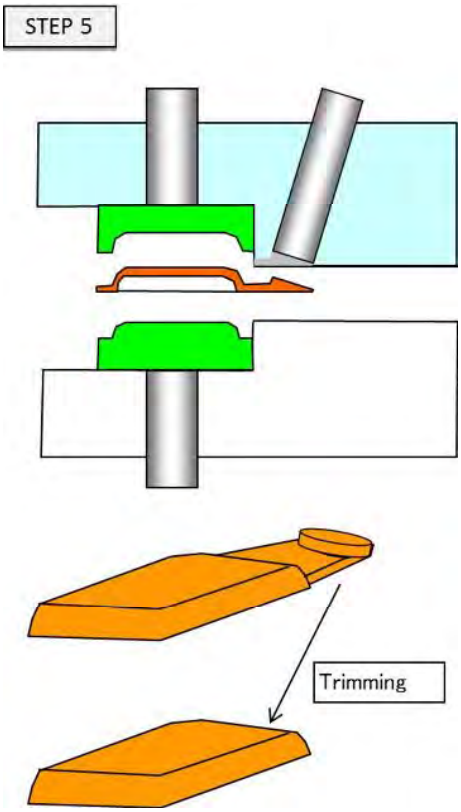


Fig.4.3.41　Product from sheet extrusion

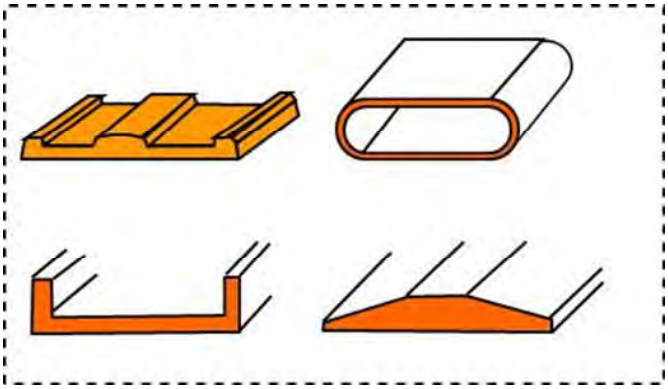


Fig.4.3.43　Cross section design variation of sheet extrusion forging

【参考文献】

1) 塑性加工便覧　コロナ社　p134

2) 塑性加工便覧　コロナ社　p232

3) わかりやすい鍛造加工　日刊工業新聞社　p113

4) 中村　克昭
"STSP により結晶粒微細化した Mg 合金の恒温塑性加工による特性改良"
第 57 回塑性加工連合講演会(2006)　p419-420

5) K.Nakamura
" Rapid Continuous Metal Grain Refinement process "STSP" and its Application to Plastic Forming "
ICCES'07 (2007) p1947-1951

6) 中村　克昭
"結晶粒微細化したマグネシウム合金の恒温鍛造に関する研究"
第 58 回塑性加工連合講演会　(2007) P267-268

7) 中村　克昭、鈴木　裕
" 微細結晶粒 Mg 合金の恒温条件下における押広げ鍛造 "
型技術　第 25 巻　第 7 号　2010　7 月号　p90-91

8) 中村　克昭、杉本　康子、恵良　秀則、鈴木　裕
微細結晶 Al-Mg 合金の恒温条件下における押出鍛造
型技術　第 26 巻　第 7 号　2011　7 月号　p18-19

9) 中村　克昭、鈴木　裕
横押出鍛造による棒素材からの新板材成形法
型技術　第 25 巻　第 12 号　2010　12 月号　p92-93

10) 日経ものづくり　May 2011 P28-30

4.4　押出鍛造まとめ

RMA-CREO処理で微細化して塑性加工性を大幅に向上したマグネシウム合金 AZ61 を用いて、高強度で複雑・高精度の鍛造部品を実現すべく押出成形法を基本とした恒温鍛造技術の研究開発を行った。

マグネシウム合金としては低温である 200℃以下において、1 回もしくは 2 回のせん断変形を付与する大変形においても割れ等発生せず成形することが出来た。

低温で鍛造加工することで、CREO により結晶粒微細化した金属材料が加工時加熱で組織が粗大化する事を抑制した。更に温度管理下におけるせん断ひずみ付与によって、更なる微細化と特性向上をはかることを目指した結果、CREO 処理にて残留した粗大粒を微細化する効果を見いだせた。これによって大幅な強度上昇が得られた。

具体的な加工法として、【拡張押出】【角筒押出】【板押出】を考案した。CREO 処理を用いて結晶粒微細化したマグネシウム合金 AZ61 を使用して、各押出加工法の研究を進めた。

【拡張押出】では、結晶粒微細化によって鍛造温度を下げ、200℃にて丸棒から円盤状に拡張押出する加工法“拡張押出”を試み、良好な成形結果を得る事が出来た。成形された拡張部の組織観察で、CREO処理材に比較して均質微細な結晶組織が得られる事が分かった。

また拡張押出をベースにして、丸棒からの前方押出によって薄肉の角筒を成形する【角筒押出】を試みた。この結果、顕著な金型損傷も無く、良好な面粗度の角筒形状成形品を得る事が可能であることを示した。押出荷重は、一般に使用される後方押出における成形荷重の 1/5～1/10 まで、低荷重化が可能であることを示せた。また素材である CREO 処理棒材に対して、大径の成形品を得る事が可能であることが分かり、CREO 処理材のサイズの限界によらず成形品を得る事が可能であることが示せた。

結晶組織も微細化し、特に低速で押出した場合において、微細化および強度上昇する事が分かった。低速鍛造に比較して高速鍛造において、結晶組織が粗大化して強度が低下したが、これは速度に依存しやすい加工発熱の影響と思われる。これは鍛造後の冷却により微細化及び強度上昇がはかれるものと思われる。

更にCREO処理の課題である板状素形材の加工についても、【板横押出成形】によって棒材径の2倍の幅に至る板材を成形することが出来た。本法により得られた微細組織を有する板材をプレス成形に用いる事によって、更に板形状の成形が可能となった。特に押出鍛造とプレス絞り加工を連動させることによって、CREO処理及び押出鍛造で形成された微細結晶組織が供する高い延性を活用して複雑形状が成形可能となる。

以上の、3種類の押出鍛造加工において、CREO処理によって形成した微細結晶粒組織を損傷することなく成形可能であることを示した。また

更に、CREO処理で付与した強ひずみに、鍛造加工で更なるせん断ひずみを付与する事で、CREO材の微細結晶を更に微細化する事が可能となった。これにより引張強度および耐力を添加元素に頼ることなくCREO処理後の材料以上に向上させる事が出来た。

本プロセスによる効果は、今回対象としたマグネシウム合金のみに生じるものではなく、広範囲の金属材料に適用可能であると考える。

添加元素に頼らない結晶粒微細化プロセスRMA-CREOおよび、微細化材料を最大限に活用可能な塑性加工プロセスである恒温押出鍛造によって、安全・環境に最大限の配慮を行い、レアメタルに頼らない、複雑形状の金属部品製造技術の可能性を見いだせたと考える。

第 5 章　　結　　論

本論文では、添加元素に頼らない金属材料の開発を目指して、強ひずみ結晶粒微細化プロセス“RMA-CREO”の開発を行ってきた。また CREO 処理材を使用した恒温押出鍛造技術との相乗効果によって、【元素に頼らない合金設計】と【ニアネットシェイプ化による材料使用量減】を目指し、高強度で複雑・高精度の鍛造部品を実現すべく研究開発を行ってきた。

第 1 章では、電子・電気機器における特定有害物質の使用制限についての欧州連合(EU)による指令である RoHs、新化学品規制である REACH 等の環境規制に代表される金属を取り巻く安全と環境の要求。また自動車業界を取り巻く環境・レアメタル・リサイクル性・燃費規制・安全性・低コスト化・新興国の発展による差別化技術の必要性等について論じた。

この結果、添加元素に頼らない実用的な連続結晶粒微細化技術およびニアネットシェイプ可能な恒温鍛造の必要性に思い至った。

第 2 章では、従来の結晶粒微細化技術では実現できていなかった、連続高生産性の結晶粒微細化技術“RMA-CREO”によって、多様な材質について結晶粒微細化可能であることを論じた。

第 3 章では、面心立方格子である非調質系アルミニウム Al-Mg 合金について、CREO 処理による結晶粒微細化の効果について、CREO 処理可能条件を明確化した。また CREO 処理条件の最適化を行い、微細な結晶組織を得ることを示した。また結晶粒微細化による高強度化について調べ、特に Hall-Petch の関係式で示されるように,大幅な耐力向上を実現する事が出来た。

また強い異方性を有し塑性加工性が低い稠密六方格子のマグネシウム合金について CREO 処理を適用した。材料としては結晶粒微細化を実現することが可能となり、異方性の制御を可能にするとともに高強度化を実現できた。また結晶粒微細化によって、鍛造可能温度を一般材の 330℃以上の高温から、200℃以下まで大幅に低下させることに成功した。

第 4 章では、CREO 処理によって結晶粒微細化したマグネシウム合金 AZ61 を使用して、低荷重で複雑で大型の成形が可能となる恒温押出成形について論じた。

結晶粒微細化によって低下することが出来た鍛造温度を最大限に活用するため、200℃の低い温度で丸棒から円盤状に拡張押出する加工法“拡張押出”を試み、良好な成形結果を得る事が出来た。

拡張押出をベースにして、同じく 200℃の低温下で、丸棒からの前方押出によって薄肉の角筒を成形することを試みた。この結果、顕著な金型損傷も無く、良好な面粗度の角筒形状成形品を得る事が可能であることを示した。

更に CREO 処理の特徴であり,かつ課題である板状素形材の製造に関しても 200℃にて、押出を利用した板横押出成形について、1 方向および 2 方向からの押出成形によって検討した。この結果、1 方向からでも板形状を成形可能であるが、2 方向から押出シリンダーを同期させて押し出した 2 方向板横押出成形によって、棒材径の 2 倍の幅に至る板材を成形することが出来た。本法をプレス成形との組合せによって応用する事で、更に複雑形状の成形実現可能性について示す事が出来た。

以上の、3 種類の押出鍛造加工において、CREO 処理によって形成した微細結晶粒組織を損傷することなく成形可能であることを示した。更に、CREO 処理で付与した強ひずみの方向とは異なる方向で、大きなせん断ひずみを押出鍛造にて付与する事によって、結晶粒の一段の微細化を実現できた。素材に対して向上した CREO 処理後の機械的性質が、更なる結晶粒微細化によって、引張強度および耐力を、添加元素に頼ることなく向上させる事が出来た。

本プロセスによる効果は、今回対象としたアルミニウム合金およびマグネシウム合金のみに生じるものではなく、広範囲の金属材料に適用可能であると考える。

添加元素に頼らない結晶粒微細化プロセス RMA-CREO および、微細化材料を最大限に活用可能な塑性加工プロセスである恒温押出鍛造によって、安全・環境に最大限の配慮を行い、レアメタルに頼らない、金属部品製造技術の可能性を実現する事が出来た。

今後は、RMA-CREO 技術の効果を最大にする処理条件の明確化および、大きな特徴である加工熱処理についての研究開発を進めていく。

また加工熱処理の範疇として、素材の処理のみならず、後加工である鍛造加工等の塑性加工まで含んだ RMA-CREO 技術を活用した加工熱処理技術の開発に進んでいきたいと考える。

【関連論文】

1．学会誌等

1) 全著者名 Kastuaki Nakamura, Koji Neishi, Kenji Kaneko, Michihiko Nakagaki, Zenji Horita
論文題名 Department of Severe Torsion Straining Process for Rapid Continuous Grain Refinement
掲載誌 Materials Transactions,Vol.45.No.12(2004) pp.3388 to 3342

2) 全著者名 中野 博明、孫 仁俊、大原 秀樹、大上 悟、中村 克昭、福島久哲
論文題名 連続ねじり加工を行った Al-Mg 合金の耐孔食性
掲載誌 表面技術 59 巻 第 6 号(2008) 43－47

3) 全著者名 大上 悟、中野 博昭、倉井 大輔、福島 久哲、中村 克昭 増田 正孝
論文題名 陽極酸化 Al-Mg 合金の電解着色後の色調に及ぼす連続ねじり加工の影響
掲載誌 日本金属学会誌 第 72 巻 第 9 号(2008) 395－400

4) 全著者名 Genki Sakai, Katsuaki Nakamura,Zenji HoritaT.G.Langdon
論文題名 Developing high-torsion for use with bulk samples
掲載誌 Material Science and Engineering A406 (2005) 268-273

5) 全著者名 K.Neishi, T.Uchida , A.Yamauchi , K.Nakamura , Z.Horita , T.G.Langdon
論文題名 Low temperature superplasticity in a Cu-Zn-Sn alloy processed by severe plastic deformation
掲載誌 Material Science and Engineering A307(2001) 23-28

2. 国際会議等

1) 全著者名 Katsuaki Nakamura , Koji Neishi , Kenji Kaneko, Michihiko Nakagaki and Zenji Horita

論文題名　Continuous Grain Refinement Using Severe Torsion Straining Process

掲載誌　Materials science Forum Vols.503-504(January 2006) pp385-390

2) 全著者名　Katsuaki Nakamura

論文題名　Rapid Continuous Metal Grain Refinement process “STSP” and its Application to Plastic Forming

掲載誌　International Conference on Computational & Experimental Engineering and Science ICCES07 (2007) p1947-1951

3) 全著者名　Yoshiyasu Kawasaki , Koji Neishi , Yuichi Miyahara Katsuaki Nakamura , Kenji Kaneko , Michoihiko Nakagaki and Zenji Horita

論文題名　Application of severe Torsion Straining Process for Grain Refinement of steel

掲載誌　Materials science Forum Vols.503-504(January 2006) pp943-948

4) 全著者名　Yuichi Miyahara , Naoki Emi , Koji Neishi , Katsuaki Nakamura , Koji Neishi , Kenji Kaneko, Michihiko Nakagaki and Zenji Horita

論文題名　Microstructures and Mechanical Properties of Mg alloy after SevereTorsion Straining Process

掲載誌　Materials Science Forum Vols.503-504(January 2006) pp.949-954

5) 全著者名　Koji Neishi , Akihiko Higashino , Yuichi Miyahara, Katsuaki Nakamura , Kenji Kaneko, Michihiko Nakagaki and Zenji Horita

論文題名　Grain Refinment of Commercial Al-Mg alloy Using Severe Torsion Straining Process

掲載誌　Materials science Forum Vols.503-504(January 2006) pp955-960

6) 全著者名　Genki Sakai , Katsuaki Nakamura , Zenji Horita and Terence G. Langdon
論文題名　Application of High Pressure Torsion to Bulk Samples
掲載誌　Materials Science Forum Vols.503-504(January 2006) pp.949-954

7) 全著者名　R.Matsubara , N.Asie , K.Nakamura and S.Miura
論文題名　Superplastic Forming of Corrosion Resistance CuZnSn Alloys
掲載誌　Material Science Forum Vol.304-306 (1999) 753-758

3. 特許

1) 特許番号　特許　第 456033 号
対象国　日本
発明者　堀田　善治　、　中村　克昭　、　根石　浩司　、　中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　金属加工方法及び同金属加工方法を用いた金属体並びに同金属加工方法を用いた金属含有セラミックス体

2) 特許番号　特許　第 4002273 号
対象国　日本
発明者　堀田　善治　、　中村　克昭　、　根石　浩司　、　中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　金属加工方法及び同金属加工方法を用いた金属体

3) 特許番号　US 7,559,221 B2
対象国　USA
発明者　Zenji Horita , Katsuaki Nakamura , Koji Neishi , Michihiko Nakagaki , Kenji Kaneko

発明の名称　METHOD OF WORKING METALBODY OBTAINED BY THE METHOD AND METAL-CONTAINING CERAMIC BODY OBTAINED BY THE METHOD

4) 特許番号　US 7,574,888 B2
対象国　USA
発明者　Zenji Horita , Katsuaki Nakamura , Koji Neishi , Michihiko Nakagaki , Kenji Kaneko
発明の名称　METHOD OF WORKING METALBODY OBTAINED BY THE METHOD AND METAL-CONTAINING CERAMIC BODY OBTAINED BY THE METHOD

5) 特許番号　US 7,637,136 B2
対象国　USA
発明者　Zenji Horita , Katsuaki Nakamura , Koji Neishi , Michihiko Nakagaki , Kenji Kaneko
発明の名称　METHOD OF WORKING METALBODY OBTAINED BY THE METHOD AND METAL-CONTAINING CERAMIC BODY OBTAINED BY THE METHOD

6) 特許番号　ZL 03 8 22187X
対象国　中華人民共和国
発明者　堀田　善治　、　中村　克昭　、　根石　浩司　、　中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　金属加工方法

7) 特許番号　發明第　Ⅰ 301778 號
対象国　中華民国
発明者　堀田　善治　、　中村　克昭　、　根石　浩司　、　中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　金属加工方法、使用該金属加工方法之金属體、以及含有使用該金属加工方法的金属之陶資體

8) 特許番号　　特許第　10-1014639 号
対象国　　韓国
発明者　　堀田　善治　、　中村　克昭　、　根石　浩司　、
中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　金属加工方法及び同金属加工方法を用いた金属体並びに同金属加工方法を用いた金属含有セラミックス体

9) 特許番号　　特許　第 4777775 号
対象国　　日本
発明者　　中村　克昭　、　堀田　善治　、　根石　浩司　、
中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　金属加工方法及び同金属加工方法を用いた金属体

10) 特許番号　　特許　ZL 2004 8 0006266.1 号
対象国　　中華人民共和国
発明者　　中村　克昭　、　堀田　善治　、　根石　浩司　、
中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　金属体加工方法和金属体加工设备

11) 特許番号　　特許　第 4616173 号
対象国　　日本
発明者　　中村　克昭　、　堀田　善治　、　根石　浩司　、
中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　筒状金属の成型方法及び筒状金属の成型機及び筒状金属成型体

12) 特許番号　　特許　ZL 2004 8 0021301.7
対象国　　中華人民共和国
発明者　　中村　克昭　、　堀田　善治　、　根石　浩司　、
中垣　道彦　、　金子　賢治
発明の名称　金属成型方法和金属成型机

13) 特許番号　US 7,389,668 B2

対象国　USA

発明者　Katsuaki Nakamura , Zenji Horita , Koji Neishi , Michihiko Nakagaki , Kenji Kaneko

発明の名称　METAL MOLDING METHOD AND MACHINES,AND METAL MOLDED BODY

謝　　辞

本論文は、九州工業大学情報工学部・鈴木教授の御指導のもとに作成したものであり、貴重な御意見、御指導を賜りましたことを深く感謝しております。

また、本論文を詳細に御検討いただき、審査の労をとっていただきました、九州工業大学情報工学部・木村教授、楢原教授、古賀准教授、同じく九州工業大学工学部・恵良教授に深く感謝いたします。

本研究を遂行し、本論文をまとめるにあたり、九州工業大学情報工学部・中垣名誉教授より多くの御指導を賜りまして、心より感謝申し上げます。また九州大学工学部材料工学部門・堀田教授はじめ堀田研究室の卒業生には研究を共に遂行させていただき深く感謝しております。

広範囲にわたる本研究遂行にあたりましては、結晶粒微細化設備開発においてナイス株式会社に、恒温鍛造技術開発において日本ハードウェアー株式会社、AP&T 株式会社に、多大なる御支援御協力をいただきましたことを深く感謝しております。

ここに厚く御礼申し上げます。

最後になりますが、学位取得についての理解者であり支援者であった家族に深く感謝いたします。